



Supersolidité et Plasticité Quantique

Xavier Rojas

► To cite this version:

Xavier Rojas. Supersolidité et Plasticité Quantique. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2011. Français. NNT: . tel-00682098

HAL Id: tel-00682098

<https://theses.hal.science/tel-00682098>

Submitted on 23 Mar 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE
LABORATOIRE DE PHYSIQUE STATISTIQUE

École Doctorale de Physique de la Région Parisienne - ED 107



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PARIS VI
Spécialité : Physique de la Matière Condensée

présentée par

Xavier ROJAS

pour obtenir le grade de

DOCTEUR de l'Université Paris VI

Supersolidité et Plasticité Quantique

Soutenue le 20 décembre 2011 devant le jury composé de :

M. Sébastien BALIBAR
M. John BEAMISH
M. Jacques BOSSY
M. Philippe JACQUIER
M. Yuri MUKHARSKI

Directeur
Examineur
Rapporteur
Président
Rapporteur

École Normale Supérieure
Laboratoire de Physique Statistique
24, rue Lhomond
75231 PARIS Cedex 05

École Doctorale 107
École Normale Supérieure
Laboratoire de Physique Statistique
24, rue Lhomond
75231 PARIS Cedex 05

Résumé

Un supersolide est un solide élastique bien qu'en partie superfluide. La supersolidité, mise en évidence expérimentalement dans l'hélium 4 en 2004, semble paradoxale et reste controversée. Par ailleurs, en dessous de 200 mK où la supersolidité apparaît, le module de cisaillement augmente. Ces deux propriétés sont très dépendantes du désordre cristallin et la température de la transition dépend de la concentration en impuretés ^3He même en dessous du ppb.

Dans cette thèse, nous avons étudié les propriétés mécaniques de monocristaux ^4He dans la limite d'une extrême qualité et pureté cristalline. Nous avons réalisé des cavités acoustiques permettant, à l'aide de transducteurs piézoélectriques, de mesurer la résonance acoustique de cristaux ^4He dont l'orientation est mesurable optiquement. Nos résultats montrent que les dislocations sont responsables de l'anomalie des coefficients élastiques et que le piégeage par les impuretés ^3He à basse température explique la variation de rigidité des cristaux. Cette variation est parfois très importante ($\sim 86\%$) et implique le déplacement de lignes de dislocations sur des distances macroscopiques à des vitesses relativement importantes. Nous avons aussi réalisé des mesures du moment d'inertie de cristaux ^4He dans un oscillateur de torsion transparent. Les monocristaux présentent une anomalie de rotation qui s'interprète davantage comme une anomalie élastique que par l'apparition de la supersolidité. Nos résultats illustrent principalement la remarquable plasticité quantique des cristaux ^4He .

Mots-clefs : Supersolidité - Hélium - Élasticité - Dislocation - Acoustique - Oscillateur de torsion

Supersolidity and Quantum Plasticity

Abstract

A supersolid is an elastic solid which is partly superfluid. Supersolidity which has been experimentally observed in ^4He in 2004, seems paradoxical and is still controversial. Below 200 mK where supersolidity occurs, the shear modulus increases. Both properties are disorder dependent and the transition temperature depends of ^3He impurity concentration even for concentration as low as a ppb.

In this thesis, we have studied ^4He single crystals mechanical properties, in the limit of extreme quality and purity. We have built acoustic cavities with piezoelectric transducers, allowing to measure acoustic resonances in ^4He single crystals. In which we measure optically the crystalline orientation. Our results show that dislocations are responsible for the elastic coefficients anomaly. They show that the pinning of dislocations by ^3He impurities at low temperature explains the rigidity change of crystals. The change in the elastic coefficient can be as large as $\sim 86\%$ and must involve the motion of dislocation lines along macroscopic distances at relatively large velocity. Also we have measured the moment of inertia of ^4He crystals in a transparent torsional oscillator. Single crystals show a rotation anomaly which is more explicable by an elastic anomaly than in terms of supersolid transition. Our results illustrates principally the remarkable quantum plasticity of ^4He crystals.

Keywords : Supersolidity - Helium - Elasticity - Dislocation - Acoustic - Torsional oscillator

Remerciements

Cette thèse est le fruit d'un travail de trois ans réalisé au Laboratoire de Physique Statistique (LPS) du Département de Physique de l'École Normale Supérieure. Ce fut pour moi une expérience très riche et je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères aux personnes qui ont rendu ce travail possible. Je remercie les différents directeurs du département MM. J.M. Raimond et W. Krauth ainsi que le directeur du laboratoire M. E. Perez.

Je souhaite remercier chaleureusement Sébastien Balibar qui, en tant que directeur de thèse, s'est toujours montré très disponible et investi dans mon travail de thèse. Ses qualités scientifiques et pédagogiques m'ont permis de bénéficier d'un très bon encadrement dans ma formation d'expérimentateur. Enfin, ses qualités humaines ont rendu ce travail en équipe très agréable.

Au cours de ma thèse, j'ai eu le plaisir de travailler en collaboration avec Humphrey Maris que je remercie pour son aide sur la compréhension théorique de mon sujet. Je remercie également Joshua West et Moses Chan avec qui nous avons monté le projet ambitieux de l'oscillateur de torsion transparent. Je remercie John Beamish de m'avoir permis de mieux comprendre la plasticité quantique. Je remercie également les membres du jury d'avoir analysé mon manuscrit avec rigueur et attention.

Je remercie les membres de l'équipe mouillage et nucléation, Kristina Davitt, Claude Guthmann et Etienne Rolley qui m'ont apporté leur aide précieuse à de nombreuses reprises.

Ce travail expérimental n'aurait jamais pu voir le jour sans l'aide des personnes des services techniques. Je remercie particulièrement les membres de l'atelier de mécanique José da Silva Quintas, Carlos Goncalves et Eric Nicolau qui ont fabriqué de magnifiques cellules en cuivre pour l'étude des cristaux d'hélium. Je remercie Nabil Garroum de nous avoir fait profiter de ses compétences en matière de simulation numérique. Je remercie Didier Courtiade pour son efficacité ainsi que David et Cyrille pour tous les services qu'ils nous ont rendus. Je remercie François-René Ladan et Olivier Andrieu pour les milliers de litres (7330) d'hélium fourni pendant ma thèse et aussi parce que c'est toujours sympa de discuter entre deux transferts ! Je remercie les membres du service informatique, Allan Huguet et Zaire Dissi. Je remercie également les secrétaires du LPS, Marie-Christine Gefflot, Annie Ribaudeau et Nora Sadaoui pour leur bonne humeur et leur efficacité.

Je remercie les principaux acteurs de la salle S10, mes co-thésards Arnaud Arvengas et Ariel Haziot qui ont largement contribué à rendre cette aventure qu'est la thèse, agréable et intéressante. Je remercie aussi Victor Bapst et Paul Hobeika qui m'ont apporté leur aide pendant leur stage.

Je remercie l'équipe du Laboratoire Kastler Brossel composée de Philippe Jacquier, Jacques Dupont-Roc, Jules Grucker et Fabien Souris avec qui nous avons partagé de bons moments, notamment à l'heure du déjeuner autour du célèbre cous-cous de Chez Youssef.

Je remercie tous les autres thésards du département que j'ai eu l'occasion de côtoyer et avec qui nous avons eu des discussions intéressantes. Je remercie les cyclistes-théoriciens, Florent Alzetto, Carlo Barbieri, Etienne Bernard ainsi qu'Arnaud, Ariel et Sébastien pour les bons moments passés à transpirer sur une selle de vélo, sous la grêle, en plein hiver. Je remercie les co-organisateurs du séminaire thésard du LPS, Elsa Bayart, Céline Richard, Clément Chatelain et Arnaud pour leur sagacité pendant les séminaires. Merci aussi à Michael Rosticher, responsable de la salle blanche du département, avec qui nous avons eu le plaisir de découvrir les joies de la rédaction du manuscrit.

Je voudrais remercier mes potes de Master 2 qui n'ont jamais rechigné à prendre une bonne bière sur une belle terrasse parisienne (JD) ou dans une cave mal éclairée (Lucho). Je remercie toutes ces personnes qui ont été le moteur (PJacquet14) de cette aventure, qui l'ont rendu agréable comme l'est une belle assiette de saucisses germaniques (Yannouchki, Agent Muller) ou une belle tarte au pommes (Ludi). Un clin d'oeil évidemment aux amateurs de Bossa Nova, des ateliers mal famés de Montreuil (Arnak), avec qui, on ne compte plus toutes les discussions physico-philosophico-musicales et autres digressions mathématiques sur les métriques (Yousra). La liste serait incomplète sans les colombianos (Juliana and co.) que je remercie pour l'ambiance de toutes ces soirées à l'aguardiente...

Un merci tout particulier à Antoine avec qui le désir de faire avancer la connaissance naquit au même moment que notre pilosité se développa, et ne s'est pas arrêté depuis. Selon ces mots, mon sujet de thèse serait un peu : *l'étude du désordre dans l'ordre quantique* (marches du Panthéon, Paris, Nov 2011). Évidemment, si l'on parle de la connaissance, je suis obligé de mentionner à nouveau David et Yannis que je remercie pour toutes ces discussions passionnantes autour, notamment, de la jacquetique.

Merci aux amis, extérieurs à tout ce qui touche de près ou de loin à une éprouvette, et heureusement, il en reste. Charlo qui ne sort de son terrier qu'au-dessus d'une température extérieure de 20 °C. Alexo toujours près à rater le dernier métro pour que la fête continue. JF et Vince, les hommes pour qui le bowling, respectivement le surf, n'a plus de secrets. Merci en particulier à Vince pour les magnifiques schémas qu'il m'a aidé à faire pour ce manuscrit.

Le plus gros merci va évidemment à celle qui a tout pris sur ses épaules pendant cette période où la rédaction était difficile. Ludivine, un immense merci à toi qui sait si bien t'y prendre pour me rendre la vie la plus belle possible. Merci également à sa maman pour son aide dans l'organisation du pot.

Enfin, je souhaite remercier ma famille pour leur soutien depuis toujours. Tati Véro, Fabien, Younes, Axel, et surtout, merci à ma mère et mes petits frères de m'avoir donné ces bouffées d'air tellement importantes quand le travail est difficile.

Table des matières

Remerciements	5
Table des matières	7
Introduction	11
1 État de l'art de la supersolidité	15
1.1 Introduction	15
1.1.1 La superfluidité de l'hélium 4	15
1.1.2 Origines de la supersolidité	20
1.2 Expériences principales	22
1.2.1 Anomalie de rotation dans les cristaux ^4He	22
1.2.2 Anomalie élastique dans les cristaux ^4He	29
1.2.3 Autres interprétations de l'anomalie de rotation	37
1.2.4 Conclusion	40
1.3 Autres expériences	40
1.3.1 Écoulements de masse	41
1.3.2 Propriétés thermodynamiques	42
1.3.3 Neutrons	42
1.3.4 Résonance Magnétique Nucléaire	43
1.4 Conclusion	43
2 Méthodes expérimentales	45
2.1 Cryogénie	45
2.1.1 Cryostat à dilution	45
2.1.2 Thermométrie	47
2.1.3 Obtention de basses températures dans un cryostat optique . .	48
2.1.4 Vibrations mécaniques dues au remplissage du pot 1K	56
2.1.5 Cryopompage du vide interne : Vycor	58
2.2 Croissance des cristaux d'hélium 4	59
2.2.1 Dispositif expérimental	60
2.2.2 Croissance et qualité cristalline des monocristaux	60
2.2.3 Croissance des polycristaux	74
2.3 Pureté des cristaux d'hélium 4	77
2.3.1 Diffusion des impuretés ^3He dans le cristal hcp ^4He	77
2.3.2 Calcul thermodynamique de la teneur en ^3He des cristaux ^4He	79

2.3.3	Pureté cristalline et dislocations	81
3	Mesures acoustiques dans les cristaux ^4He	87
3.1	Dispositif expérimental : cellule acoustique n°1	87
3.1.1	Construction de la cellule	87
3.1.2	Caractérisation des transducteurs piézoélectriques	91
3.1.3	Résonance acoustique dans les cristaux ^4He	95
3.1.4	Mesure des modes de résonance dans la cellule acoustique n°1	98
3.2	Résultats : cellule acoustique n°1	101
3.2.1	Résonances dans le superfluide	101
3.2.2	Résonances acoustiques dans les cristaux ^4He	102
3.2.3	Seuil de non-linéarité en amplitude	106
3.2.4	Etude en température de polycristaux (300 et 0.4 ppb)	109
3.2.5	Etude en température de monocristaux (300 et 0.4 ppb)	113
3.2.6	Couplage aux modes de résonance de la cellule en cuivre	118
3.2.7	Résumé et conclusion	119
3.3	Dispositif expérimental : cellule acoustique n°2	120
3.3.1	Construction de la cellule	120
3.3.2	Caractérisation des transducteurs piézoélectriques	123
3.3.3	Mesure des modes de résonance dans la cellule acoustique n°2	124
3.4	Résultats : cellule acoustique n°2	126
3.4.1	Résonance acoustique dans l'hélium superfluide	126
3.4.2	Résonance acoustique dans la cellule vide	128
3.4.3	Seuil de non-linéarité dans les monocristaux préparés à 1.4 K	129
3.4.4	Etude en température de monocristaux de même orientation et de différentes qualités	130
3.4.5	Etude des temps de relaxation de monocristaux de même orientation et de différentes qualités	156
3.4.6	Etude en amplitude de monocristaux de même orientation et de différentes qualités	160
3.5	Conclusion et perspectives	164
4	Oscillateur de torsion	167
4.1	Dispositif expérimental	167
4.1.1	Principe de la méthode	167
4.1.2	Oscillateur de torsion transparent	168
4.1.3	Isolation des vibrations mécaniques	171
4.2	Méthode de verrouillage de la fréquence	173
4.2.1	Principe de la méthode	173
4.2.2	Résultats de mesures : cellule vide	177
4.2.3	Etude de cristaux dans la minibouteille	182
4.2.4	Stabilité de l'oscillateur de torsion	189
4.2.5	Conclusion	192
4.3	Méthode de mesure à fréquence et amplitude constante	193
4.3.1	Principe de la méthode numérique	193
4.3.2	Stabilité de la mesure	198

4.3.3	Résultats de mesures : polycristaux	199
4.3.4	Interprétation des résultats dans les polycristaux	201
4.3.5	Résultats de mesures : monocristaux	204
4.3.6	Interprétation des résultats dans les monocristaux	206
Conclusion		209
Bibliographie		211
A Un modèle simple pour la délocalisation d'une lacune		217
B Calcul des potentiels chimiques des impuretés ^3He		219
C Mouvement des impuretés ^3He dans l'hélium 4 solide		223
D Matrice des coefficients élastiques		225
D.1	Changement d'axes de référence orthonormés	225
D.1.1	Transformation d'un tenseur de rang un ou vecteur	225
D.1.2	Transformation d'un tenseur de rang 2 ou matrice	226
D.2	Réduction imposée par les éléments de symétrie au tenseur d'élasticité des cristaux hcp	226
D.3	Rotation de la matrice d'élasticité du cristal hcp	227
E Distribution exponentielle de longueurs libres de dislocations		229
F Effet de l'élasticité de l'hélium		231
F.1	Cas de la cellule rigide	231
F.2	Cas de la cellule non rigide	232
G Effet de l'élasticité du Stycast sur la minibouteille		235
G.1	Constante de raideur de la tige de torsion	235
G.2	Contraintes inertielles dans le Stycast	236

Introduction

La physique de la matière condensée est l'une des branches les plus importantes et les plus fertiles de la physique contemporaine. Elle étudie comment les éléments constitutifs de la matière s'organisent et engendrent des phénomènes physiques macroscopiques. Il y a 100 ans, l'une de ses plus belles découvertes voit le jour : la supraconductivité, un état collectif des électrons, qui présente des propriétés physiques remarquables. Dans cet état, les électrons peuvent circuler au sein de la matière sans frottement. Les mécanismes microscopiques sous-jacents de la transition de phase supraconductrice proviennent des propriétés quantiques de la matière et sont aujourd'hui encore un sujet de recherche fondamentale florissant. La manifestation de cet état n'apparaît pour l'instant qu'aux basses températures et trouver un état supraconducteur à température ambiante constitue un véritable défi tant cela pourrait provoquer une révolution énergétique. Depuis cette découverte, de nombreux physiciens se sont intéressés de près aux états de la matière présentant des propriétés physiques analogues. Cependant, la description des résultats expérimentaux est parfois rendue difficile par la présence de désordre (impuretés, défauts cristallins). L'hélium liquide, qui manifeste aussi des propriétés quantiques remarquables, est très pur, en ce sens il constitue un système modèle très intéressant pour l'étude des propriétés fondamentales de la matière. Les découvertes de la superfluidité de l'hélium 4 (bosonique) et ensuite de l'hélium 3 (fermionique) ont permis de faire des progrès considérables dans la compréhension de ces états de la matière où la cohérence quantique se manifeste à l'échelle macroscopique. Nous allons voir que l'hélium 4 solide, très pur, constitue lui aussi un système modèle pour l'étude d'un nouveau phénomène physique, la supersolidité.

En 1969, des théoriciens proposent un nouvel état quantique de la matière, le *supersolide*, c'est-à-dire un solide présentant des propriétés superfluides. L'hélium 4 solide présentant des propriétés quantiques remarquables, était donc le candidat idéal à l'observation de l'état supersolide. Ce n'est que 35 ans après ces prédictions théoriques, en 2004, qu'arrivent les premières mises en évidence expérimentales du supersolide dans un oscillateur de torsion contenant de l'hélium 4 solide. De nombreuses autres expériences de supersolidité vont suivre, notamment des expériences d'élasticité, et provoquer une controverse sur l'interprétation théorique des observations. Deux paramètres prépondérants se dégagent de ces expériences, la concentration en impuretés ^3He et la qualité cristalline des échantillons étudiés. Les motivations de cette thèse ont été d'étudier expérimentalement des cristaux d'hélium 4 dans la limite d'une extrême pureté et qualité cristalline afin d'apporter des réponses sur le rôle de ces paramètres. Nous avons mis à profit l'expérience de notre équipe dans la

croissance cristalline et dans l'observation optique des cristaux pour développer de nouveaux procédés de croissance permettant d'obtenir des cristaux ultrapurs et de très bonne qualité. Les propriétés de ces cristaux étant intrinsèquement anisotropes, ces techniques d'observation ont été essentielles pour déterminer l'orientation des cristaux, de plus elles ont aussi permis un certain contrôle du désordre cristallin qui joue un rôle crucial dans le problème.

Les résultats que nous avons obtenus ont permis de confirmer que les dislocations étaient les défauts cristallins pertinents du problème. Nos résultats semblent aussi confirmer que le mécanisme de piégeage des dislocations par les impuretés ^3He joue un rôle important dans la supersolidité. Nous avons observé dans certains cristaux, des variations colossales des coefficients élastiques dues à une organisation particulière du réseau de dislocations en joints de grains faibles. Cette organisation des dislocations conduit à une structure mosaïque du cristal, observée au moment de cette rédaction dans des expériences de rayons X. Nous avons montré qu'en absence d'impuretés ^3He , les dislocations sont libres de se déplacer sur des distances macroscopiques à des vitesses importantes à très basse température (~ 20 mK), mettant ainsi en évidence la remarquable plasticité quantique de ces cristaux. Ce travail a permis de comprendre davantage la physique des dislocations à très basse température qui est, somme toute, impliquée dans le problème de la supersolidité mais également l'objet d'un sujet de recherche à elle seule. Nos résultats expérimentaux indiquent également que les impuretés ^3He diffusent le long des dislocations à 60 mK et pas à 23 mK ; un résultat attendu si leur mouvement est thermiquement activé au dessus de barrières d'énergie. Ces résultats soulèvent des questions nouvelles et intéressantes au regard de leur mouvement qui se produit par effet tunnel quantique, dans le solide ^4He massif et pas le long des dislocations. En ce qui concerne la relation entre cette plasticité quantique et la supersolidité il a été proposé que le coeur des dislocations est supersolide seulement si elles sont bloquées. Dans le but de répondre à cette question, en collaboration avec l'équipe du Prof. M. W. Chan à Penn State University, nous avons étudié ces cristaux dans un oscillateur de torsion transparent. Nos résultats indiquent que, dans notre cas, l'anomalie de rotation observée résulterait plutôt d'un effet de plasticité quantique et que les dislocations se déplaceraient dans davantage de directions que celles prévues au départ, qu'à un effet supersolide. Finalement, nos résultats soulèvent des nouvelles questions sur la plasticité quantique, par exemple sur le rôle des quanta de déplacement des lignes de dislocation ou sur le rôle des quasi-particules impuretés (impuritons) dans le piégeage de ces dislocations.

Ma thèse se divise en 4 chapitres. Dans le premier chapitre, nous présentons très brièvement les modèles physiques utilisés pour décrire la superfluidité, nécessaires à la compréhension de l'idée du supersolide. Nous détaillons les expériences principales d'oscillateurs de torsion et d'élasticité ainsi que leurs interprétations proposées depuis le début de ma thèse jusqu'à la rédaction du manuscrit. Nous décrivons ensuite succinctement d'autres expériences de supersolidité ayant abordé d'autres aspects du sujet. À la suite de ce chapitre introductif, le deuxième chapitre, présente essentiellement les progrès et les améliorations que nous avons apportés à la thermométrie à la croissance des cristaux ^4He de très bonne qualité et ultrapurs. Dans le troisième

chapitre, nous présentons les mesures acoustiques que nous avons réalisées dans deux cellules acoustiques différentes. La première cellule acoustique nous a permis dans un premier temps de retrouver les résultats obtenus dans les précédentes expériences d'élasticité avec des échantillons de différentes qualités, puis dans un second temps de mettre le doigt sur les points importants de l'étude des cristaux ultrapurs et de très bonne qualité. Nous avons ainsi élaboré une seconde cellule acoustique ayant bénéficié des progrès que nous avons faits dans la compréhension du problème. Cette seconde cellule nous a permis d'obtenir nos principaux résultats sur la plasticité quantique de ces cristaux. Dans le quatrième chapitre, nous présentons des mesures d'oscillateur de torsion sur les différents échantillons cristallins que nous pouvons réaliser. Ces expériences indiquent que, dans de nombreuses autres expériences d'oscillateur de torsion, l'effet observé pourrait être dû à une anomalie élastique plutôt qu'à un véritable effet supersolide.

Chapitre 1

État de l'art de la supersolidité

Nous donnons une brève introduction à la superfluidité de l'hélium 4 et aux théories développées dans les années 70 autour de l'idée de *supersolide*. Nous présentons ensuite les expériences réalisées sur des cristaux d'hélium 4 près de 30 ans plus tard qui ont fait remonter à la surface ce qui n'était jusqu'alors qu'un problème théorique. Ces expériences montrent que les effets observés ont une dépendance au désordre cristallin et à la pureté des échantillons utilisés. Par une analyse de ces différentes expériences, nous montrons que le rôle des dislocations semble prépondérant dans la supersolidité de l'hélium 4. Nous donnons quelques éléments théoriques permettant de définir la physique remarquable des dislocations dans l'hélium 4 solide, une physique qui sera notamment utilisée pour interpréter nos résultats expérimentaux aux chapitres 3 et 4. Enfin nous présentons d'autres résultats expérimentaux dont les interprétations, sujettes à controverse, mettent en lumière la complexité du sujet.

1.1 Introduction

1.1.1 La superfluidité de l'hélium 4

1.1.1.1 Découverte

Il existe beaucoup de références traitant de la découverte de la superfluidité de l'hélium 4 dont de très récentes, S. Balibar [1] en 2007 et A.Griffin [2] en 2008. Nous nous contentons ici de donner les dates importantes et quelques explications sur le phénomène physique de la superfluidité de l'hélium 4.

En 1908 au Pays-Bas, Kamerlingh Onnes réussit à liquéfier l'hélium 4 pour la première fois. L'hélium 4 est gazeux à température ambiante et se liquéfie à 4.2 K sous pression atmosphérique. L'hélium est le seul élément du tableau périodique de Mendeleïev à rester liquide jusqu'au zéro absolu. Ce n'est qu'en appliquant des pressions supérieures à 25.3 bar que l'on peut solidifier l'hélium 4. Cette propriété d'origine quantique peut se comprendre de la manière suivante. L'interaction entre deux atomes de gaz rare ^4He est due aux forces de van der Waals et à une répulsion de coeur dur à courte distance. L'énergie potentielle qui décrit cette interaction (potentiel de Lennard-Jones) a un minimum très peu profond de l'ordre de 10 K¹

(~ 1 meV) à une distance de 3 Å. Dans un cristal classique la position des atomes n'est pas fixe, ils fluctuent autour de leur position d'équilibre et l'amplitude de ces fluctuations croît avec la température. Lorsque cette amplitude atteint environ 10 % de la distance interatomique le cristal n'est plus stable et il fond. C'est le critère empirique de Lindemann. L'hélium est particulier parce que sa masse et la profondeur du puits du potentiel interatomique sont faibles. Ces deux facteurs jouent dans le même sens pour empêcher la solidification de l'hélium. La fonction d'onde dans l'état fondamental de l'oscillateur harmonique quantique du système formé par l'atome d'hélium fluctuant autour de sa position d'équilibre a une extension maximale égale à la distance aux atomes voisins. Les relations de Heisenberg impliquent :

$$\Delta P \sim \hbar / \Delta X \quad (1.1)$$

où \hbar est la constante de Planck et $\Delta X \simeq a - d_c$ l'amplitude des fluctuations de position de l'atome ^4He avec $a = 3$ Å la distance interatomique et $d_c \sim 2$ Å le diamètre de coeur dur. L'énergie cinétique quantique dite "de point zéro" de l'atome ^4He est donc :

$$E_0 = \frac{\Delta P^2}{2m} \sim \frac{\hbar^2}{2m(a - d_c)^2} \quad (1.2)$$

où m est la masse d'un atome ^4He . Cette énergie de point zéro est du même ordre de grandeur que l'énergie potentielle d'interaction (~ 10 K) et donc le cristal n'est pas stable même à température nulle. En comparaison, l'hydrogène plus léger que l'hélium, se solidifie à basse température (14 K à pression atmosphérique) parce que les forces interatomiques sont plus grandes que pour l'hélium.

En 1937 J. F. Allen et D. Misener [3] à Cambridge et P. L. Kapitza à Moscou ont découvert qu'en dessous de 2 K, le liquide ^4He peut couler sans frottement. Le terme de "superfluide" a été donné par Kapitza [4] par analogie avec les supraconducteurs découverts en 1911. Une signature thermodynamique de la transition superfluide découverte 10 ans auparavant en 1927 par M. Wolfke et W. H. Keesom, est le pic de chaleur spécifique dont la forme caractéristique a conduit à nommer "point λ " la température du pic de chaleur spécifique. Sur la courbe de vaporisation, la transition λ se produit à $T_\lambda = 2.176$ K. Au dessus de cette température critique le liquide ^4He (He I) se comporte comme un liquide classique et en dessous de la température de transition, le liquide ^4He (He II) se comporte comme un *liquide quantique*. Les deux phases liquides He I et He II ne sont jamais en équilibre l'une avec l'autre, une telle transition de phase est dite *du second ordre*. Les propriétés de ce liquide quantique (He II) sont nombreuses et nous présentons dans la section suivante celles qui sont utiles pour comprendre les expériences de supersolidité. Nous introduisons le modèle phénoménologique des deux fluides qui donne une description synthétique de ces propriétés en les faisant apparaître comme conséquences d'un petit nombre d'hypothèses.

1. Une énergie donnée en Kelvin est obtenue à partir de la relation $E = k_B T$, où k_B est la constante de Boltzmann.

1.1.1.2 Modèle des deux fluides

Une propriété des plus spectaculaires de cette phase superfluide (He II) apparaît lorsqu'on réalise une mesure de la viscosité. Ce sont les caractéristiques très particulières de la viscosité de l'hélium II qui ont suggérées le modèle des deux fluides. Dans les mesures d'écoulement du liquide He II au travers de capillaires de très petit diamètre, la viscosité est rigoureusement nulle en dessous d'une vitesse critique. L'hélium s'écoule à travers le tube capillaire sans opposer la moindre résistance. Au contraire, d'autres mesures, par exemple l'immersion d'un cylindre oscillant dans un bain d'hélium liquide He II, montrent que le liquide peut aussi avoir une viscosité non nulle en dessous de cette vitesse critique. Cette contradiction apparente est le point de départ pour le développement du modèle des deux fluides [5].

Ce modèle décrit le liquide He II comme un mélange interpénétrant de deux fluides : le fluide normal, de densité ρ_n , de viscosité non nulle ($\eta_n \neq 0$) et le fluide superfluide de densité ρ_s et de viscosité nulle ($\eta_s = 0$). La densité totale du liquide est :

$$\rho = \rho_n + \rho_s \quad (1.3)$$

L'entropie du fluide normal est non nulle ($S_n \neq 0$) et celle de la composante superfluide est nulle ($S_s = 0$). Ces deux fluides sont indépendants et ils ont leur propre vitesse locale \mathbf{v}_n et \mathbf{v}_s . La densité de courant totale s'écrit :

$$\mathbf{j} = \rho_n \mathbf{v}_n + \rho_s \mathbf{v}_s \quad (1.4)$$

Ce modèle décrit particulièrement bien le liquide He II lorsque les vitesses sont faibles. Au-delà de la vitesse critique du superfluide la situation est plus complexe, le système peut devenir turbulent et les deux fluides peuvent interagir. Ce modèle permet de comprendre que dans l'expérience d'écoulement au travers d'un capillaire, seule la composante superfluide coule car le fluide normal est bloqué dès que le diamètre du capillaire est faible alors que dans l'expérience du cylindre immergé c'est le fluide normal qui est entraîné. On trouvera une description théorique du modèle des deux fluides plus détaillée, par exemple, dans le livre de Nozières et Pines de 1989 [6].

L'interprétation avec le modèle à deux fluides est très convaincante dans l'expérience de Andronikashvili [7]. Il s'agit d'un oscillateur de torsion, fait d'un empilement de disques métalliques également espacés, fixés à une fibre de torsion. La période du pendule est donnée par $P = 2\pi\sqrt{I/K}$ où K est la constante de torsion de la fibre et I le moment d'inertie du système. L'oscillateur est plongé dans l'hélium et le moment d'inertie s'écrit alors $I = I_{osc} + I_{He}$. Le modèle des deux fluides prédit que seul le fluide normal est entraîné par le mouvement des disques et donc que seule la fraction de fluide normal contribue au moment d'inertie de l'hélium I_{He} . On représente l'allure des courbes de la période et de la dissipation en fonction de la température Fig. 1.1.

En diminuant la température, on observe une diminution de la période ($P = 2\pi\sqrt{I/K}$) associée à une diminution du moment d'inertie du système ainsi qu'une diminution de la dissipation ($Q^{-1} \propto \sqrt{\rho\eta}$). La densité du liquide ^4He étant pratiquement constante à ces températures, la diminution du moment d'inertie ainsi que la

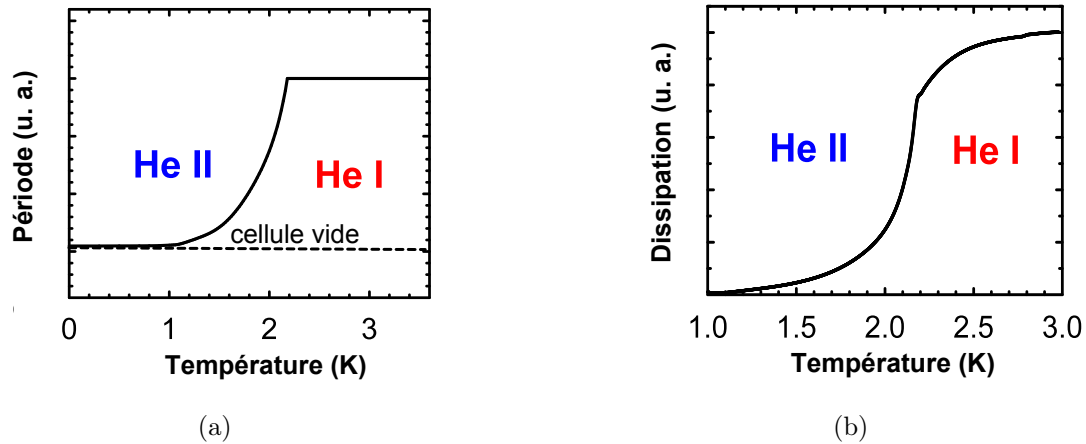


FIGURE 1.1 – Schéma de la dépendance en température de la période (a) et de la dissipation (b) dans l'expérience d'Andronikashvili [7].

diminution de la dissipation sont attribuées à une diminution de la densité de fluide normal compensée par une augmentation de la densité du superfluide (voir Fig. 1.2).

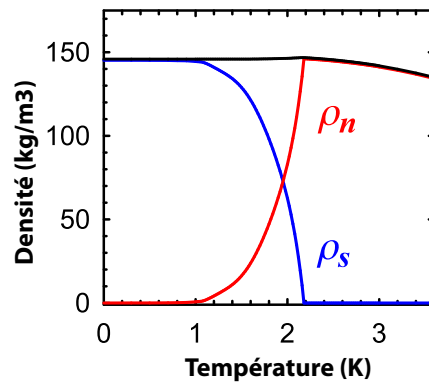


FIGURE 1.2 – Variation en température de la densité du fluide normal et de la densité du superfluide dans l'hélium 4 liquide d'après les mesures de l'expérience d'Andronikashvili [7].

La diminution du moment d'inertie est :

$$I(T) = I_{classique} \left[1 - \frac{\rho_s(T)}{\rho} \right] \quad (1.5)$$

Cette diminution du moment d'inertie est aussi appelée NCRI pour "Non Classical Rotational Inertia", on a :

$$NCRI = \frac{\rho_s}{\rho} \quad (1.6)$$

À ce stade, il est important de préciser que le modèle à deux fluides est un modèle phénoménologique et que ces deux fluides ne peuvent être séparés physiquement. Le

liquide He II est un liquide quantique au sens où une description en terme de mécanique quantique est essentielle pour comprendre ses propriétés. Dans un article fondateur de 1938, F. London [8] étudie la condensation de Bose-Einstein des gaz de Bosons et propose une description microscopique de la transition de phase superfluide de l'hélium 4 en terme de condensation de Bose-Einstein généralisée à ce système. La théorie de la condensation de Bose-Einstein prévoit qu'en dessous de la température de transition, l'état fondamental du système commence à se peupler macroscopiquement. L'état fondamental est l'état propre d'énergie la plus basse de l'hamiltonien total du système. Cette condensation à basse température, dans l'état fondamental du système est la conséquence de la symétrie de la fonction d'onde des atomes ^4He (bosons) et du fait qu'ils sont *indiscernables*. C'est sur cette base d'idées théoriques que Tisza [5] puis Landau [9] ont développé le modèle à deux fluides qui explique la plupart des propriétés du liquide He II. Il est maintenant accepté que la superfluidité de l'hélium 4 est associée à une généralisation de la condensation de Bose-Einstein ce qui est expliqué dans un article de Penrose de 1951 [10].

Dans l'expérience d'Andronikashvili [7] à suffisamment basse vitesse de rotation, la fraction superfluide n'est pas entraînée par la rotation de l'oscillateur de torsion. Il s'agit de la manifestation d'une des propriétés quantiques du superfluide, c'est un fluide *irrotationnel*. Dans un liquide classique, les atomes ou molécules se déplacent de manière cohérente à très courte distance alors que dans un superfluide les atomes forment une onde de matière cohérente à l'échelle macroscopique. La superfluidité est la conséquence de la cohérence de phase de la fonction d'onde macroscopique du système. La vitesse v_s du superfluide est :

$$v_s = \frac{\hbar}{m} \nabla \phi \quad (1.7)$$

L'écoulement superfluide dérive d'un potentiel (la phase de la fonction d'onde macroscopique), c'est donc un écoulement *irrotationnel*, on a :

$$\nabla \times \mathbf{v}_s = 0 \quad (1.8)$$

sauf autour d'une singularité, par exemple le coeur d'un vortex c'est-à-dire une région où la densité superfluide ρ_s s'annule, ou dans le cas d'un écoulement dans un anneau. La composante superfluide n'est donc pas mise en mouvement par la rotation de la structure immergée dans l'expérience d'Andronikashvili. Cependant, au-delà d'une certaine *vitesse critique* on observe la création de vortex au sein du fluide. Par ailleurs, plus on augmente la vitesse de rotation plus on introduit de vortex dans le système et plus la dissipation augmente. Cet effet est l'équivalent de l'effet Meissner-Ochsenfeld dans les supraconducteurs où l'on observe l'expulsion du champ magnétique en dessous de la température de transition. Au-delà du champ magnétique critique dans un supraconducteur, on observe aussi la création de vortex et plus ce champ augmente plus le nombre de vortex augmente. La vitesse de rotation pour le superfluide et le champ magnétique jouent donc des rôles analogues dans ces systèmes présentant une cohérence de phase.

Il existe aussi, d'autres propriétés du superfluide, par exemple : l'effet fontaine qui est un effet thermomécanique, le second son qui est une onde de chaleur, etc. Les

livres de J. Wilks [11, 12] sont des références sur les propriétés de l'hélium liquide et solide. Il y a aussi la liste de références classées et commentées de R. B. Hallock [13] sur l'effet superfluide de l'hélium 4.

1.1.2 Origines de la supersolidité

Un *supersolide* est un *solide* qui présente des propriétés *superfluides*. On caractérise généralement l'état solide (ordonné ou désordonné) par sa réponse non nulle à une contrainte de cisaillement. Cette rigidité provient du fait que les atomes du corps solide même s'ils fluctuent autour d'une position d'équilibre sont *localisés* dans l'espace. Cette localisation des atomes, les rend *discernables* les uns des autres. Dans un liquide les atomes ne sont pas localisés donc la résistance à une contrainte de cisaillement est nulle : le liquide coule. La superfluidité est une conséquence de la condensation des atomes dans l'état fondamental du système. Pour que la condensation ait lieu, deux conditions sont nécessaires, il faut que les atomes soient des *bosons* et qu'ils soient *indiscernables*. L'état de la matière *supersolide* peut sembler à priori paradoxal, en effet, l'état solide résulte de la *localisation* des atomes alors que l'*indiscernabilité* qui n'est pas compatible avec une localisation des atomes est une condition nécessaire à l'établissement de la superfluidité. Cet état de la matière "exotique" a été considéré théoriquement dès 1969 par Thouless [14], Andreev et Lifshitz [15], Reatto [16], Chester [17], Leggett [18], Imry et Schwartz [19] et d'autres. Andreev et Lifshitz considèrent qu'un *cristal quantique* avec de larges fluctuations quantiques des atomes (fluctuations de point-zéro) pourrait par exemple contenir une densité non nulle de lacunes¹ à température nulle, appelée "lacunes de point zéro". Ces lacunes de même statistique quantique que les atomes ne sont pas localisées à température nulle car elles peuvent échanger leur position avec des atomes ^4He voisins par effet tunnel quantique. Si la fréquence d'échange tunnel est suffisamment grande les lacunes peuvent se délocaliser sur tout le réseau cristallin à l'échelle macroscopique (voir illustration Fig. 1.3 de lacunes délocalisées dans le réseau cristallin).

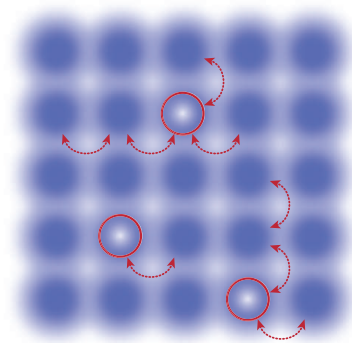


FIGURE 1.3 – Schéma représentant la délocalisation des lacunes, représentées par des cercles rouges, à travers tout le réseau cristallin.

1. Une lacune est un défaut ponctuel du réseau cristallin dû à l'absence d'un atome sur un site normalement occupé

Dans un cristal de bosons, il est possible qu'en dessous d'une température critique, ces lacunes subissent une condensation de Bose-Einstein et forment un état superfluide du cristal. Une lacune se déplaçant dans une certaine direction est équivalent à un atome se déplaçant dans la même direction mais dans le sens opposé. Ainsi, la superfluidité de lacunes de point zéro permet un transport de masse dans le solide sans dissipation. Ce supersolide aurait à la fois les propriétés élastiques d'un solide classique et les propriétés superfluides d'un liquide quantique. On constate que selon cette théorie, l'état supersolide possède un ordre dans l'espace réel (ordre cristallin) et un ordre dans l'espace réciproque (ordre du condensat de Bose-Einstein). La coexistence de ces deux ordres semble paradoxale étant donné que l'espace réel et l'espace réciproque sont conjugués l'un de l'autre. C'est cette question de coexistence de ces deux ordres antagonistes qui est au cœur du problème de la supersolidité. Par ailleurs, en généralisant cette théorie au cas d'un solide quelconque (ordonné ou désordonné), il semble tout aussi paradoxal que les atomes soient à la fois localisés pour assurer la rigidité transverse du solide et délocalisés pour assurer l'existence d'une fraction superfluide.

Toutefois, l'hélium 4 solide semble un bon candidat à la supersolidité car il présente des propriétés remarquables par rapport aux autres matériaux. On rappelle que l'hélium 4 liquide ne se solidifie qu'à une pression supérieure à 25.3 bar (voir diagramme de phase Fig. 1.4). L'amplitude moyenne des fluctuations de point zéro

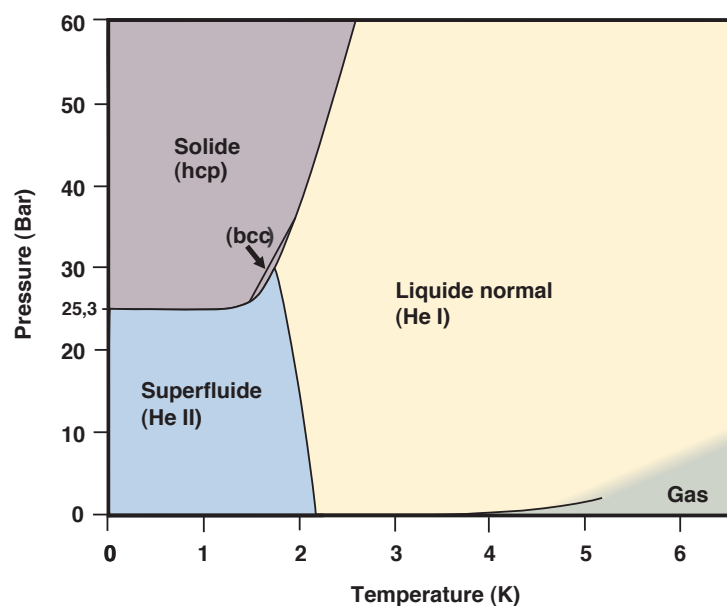


FIGURE 1.4 – Diagramme de phase (P,T) de l'hélium 4. On distingue la phase gazeuse, les phases liquides He I et He II ainsi que les phases solides, cubique centré (bcc) et hexagonale compacte (hcp).

des atomes dans le solide ^4He à cette pression d'équilibre liquide-solide, est relativement grande : elle est de l'ordre de 26 % de la distance interatomique (3 Å) alors que celle des solides classiques est typiquement de 10 %.

Les théoriciens se sont intéressés à la possibilité que l'hélium 4 solide soit su-

persolide, Reatto [16], Andreev et Lifshitz [15], Chester [17], Leggett [18], Imry et Schwartz [19] et d'autres. Le développement des modèles théoriques sur la supersolidité n'est pas donné dans ce manuscrit. On pourra trouver un résumé dans la revue "Supersolidity and Disorder" de Balibar *et al.* [20].

1.2 Expériences principales

Nous décrivons les expériences principales réalisées dans l'hélium 4 solide, à savoir, les mesures d'oscillateur de torsion et les mesures d'élasticité.

1.2.1 Anomalie de rotation dans les cristaux ^4He

L'oscillateur de torsion à basse température a été largement utilisé pour l'étude de l'hélium II superfluide. Il fut notamment utilisé par Andronikashvili [7] puis par Reppy [21] et ses collaborateurs ainsi que Henry Hall qui ont amélioré considérablement le facteur de qualité ($Q \sim 10^6$) des oscillateurs de torsion par l'utilisation d'une tige de torsion en alliage cuivre-béryllium (BeCu). Cet alliage après traitement thermique présente les avantages d'avoir une faible dissipation mécanique ainsi qu'une très bonne conductivité thermique. Le fait d'avoir un plus grand facteur de qualité permet de réaliser des mesures d'une plus grande précision, ce qui est utile lorsque la fraction superfluide que l'on mesure est relativement faible (par exemple, dans le cas de l'étude de la transition de Kosterlitz-Thouless dans des films liquides d'hélium 4 [21]). Cette amélioration de la résolution expérimentale a permis d'envisager de réaliser des mesures de la fraction superfluide dans l'hélium solide avec un oscillateur de torsion. C'est A. J. Leggett qui proposa en 1970, dans l'article *Can a Solid Be "Superfluid"?* [18], une expérience d'oscillateur de torsion permettant de mesurer l'éventuelle fraction supersolide dans un solide ^4He . Selon sa prédiction la fraction supersolide dans l'hélium solide devrait être inférieure à ~ 0.01 %. Il explique que l'effet est faible et que c'est pour ça qu'on ne l'avait pas observé jusqu'alors, il explique aussi qu'on pourrait l'observer avec un oscillateur de torsion de résolution suffisante.

1.2.1.1 Première observation : Kim et Chan

En 1981, Bishop, Paalanen et Reppy ont réalisé la première tentative d'observation d'une fraction superfluide au sein de l'hélium 4 solide, par l'utilisation d'un oscillateur de torsion [22]. Cependant ils ne sont pas parvenus à mesurer une fraction supersolide. En 2004, soit près de 20 ans plus tard, Kim et Chan [23] mesurent une fraction superfluide comprise entre 1.2 et 2 % dans différents cristaux d'hélium 4 réalisés à volume constant dans du Vycor, un verre poreux (diamètre des pores ~ 7 nm). La pression des échantillons en fin de croissance est environ 62 bar. Est représenté Fig. 1.5, un schéma de l'oscillateur de torsion utilisé, de fréquence propre $f_0 = 1024$ Hz. Les résultats qu'ils obtiennent avec cet oscillateur de torsion sont pré-

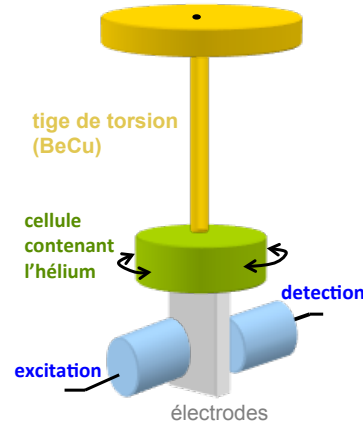
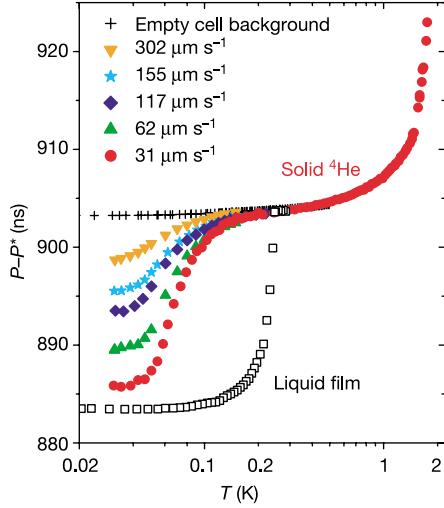
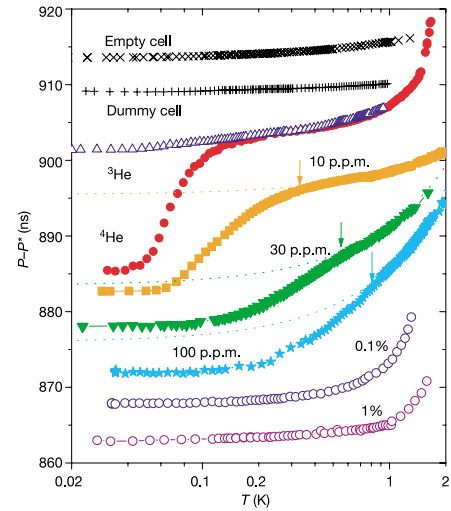


FIGURE 1.5 – Schéma de l'oscillateur de torsion utilisé par Kim et Chan [23].

sentés Fig.1.6. Dans un échantillon à 300 ppb⁴ en ^3He , Fig. 1.6(a), ils mesurent une chute de période (~ 20 ns) en dessous d'une température $T \sim 175$ mK, à faible vitesse d'oscillation ($\sim 31 \mu\text{m/s}$). La vitesse des oscillations est la composante tangentielle de la vitesse sur le rayon intérieur de la cellule. Ils observent que cette chute de période est moins importante à forte vitesse d'oscillation. Ils observent également dans les échantillons à forte concentration en impuretés ^3He , une température de transition plus élevée et une transition plus élargie en température (voir Fig. 1.6(b)).



(a) Échantillon à 300 ppb à différentes vitesses d'excitation.

(b) Échantillons de différentes concentrations en ^3He à $v \sim 30 \mu\text{m/s}$.FIGURE 1.6 – Résultats expérimentaux de l'oscillateur de torsion de l'expérience de Kim *et al.* [23].

Dans une deuxième expérience, ils utilisent une cellule de torsion de géométrie

4. 1 ppb signifie une partie par milliard et 1 ppm signifie une partie par million. Une concentration en ^3He de 300 ppb (0.3 ppm) est appelée "concentration naturelle".

annulaire (voir schéma Fig. 1.7). Cette géométrie annulaire est réalisée avec deux cylindres de diamètres différents, le cylindre creux extérieur en aluminium ($\phi_{ext}=10$ mm) et le cylindre plein en magnésium. L'épaisseur de l'anneau d'hélium entre les deux cylindres est 0.9 mm. La fréquence de résonance de cet oscillateur est $f_0=912$ Hz. Dans cette cellule de torsion, Kim et Chan étudient 17 polycristaux ^4He (0.3

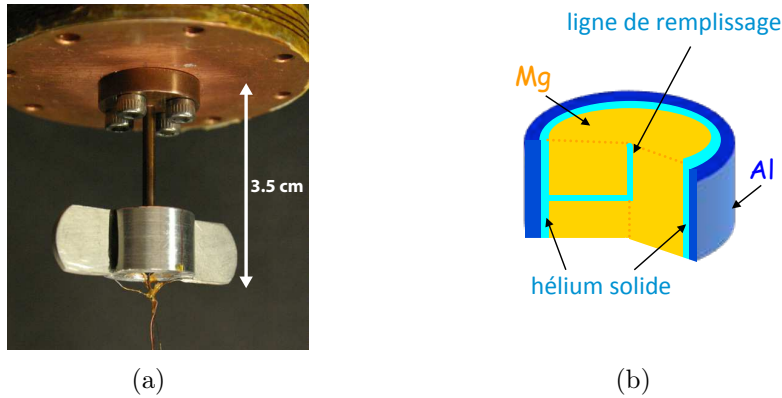


FIGURE 1.7 – Oscillateur de torsion de Kim et Chan [23, 24] de géométrie annulaire. En (a) en photographie de l'oscillateur et en (b) un schéma de la cellule.

ppm) faits à volume constant à différentes pressions (de 27 à 66 bar) et mesurent une fraction supersolide comprise entre 0.7 et 1.7 %. Ils n'observent cependant pas de tendance particulière de la fraction supersolide en fonction de la pression de fin de croissance. Un exemple d'une mesure de la fraction supersolide à différentes vitesses d'oscillation dans un échantillon à 41 bar, est présenté Fig. 1.8 Les mesures

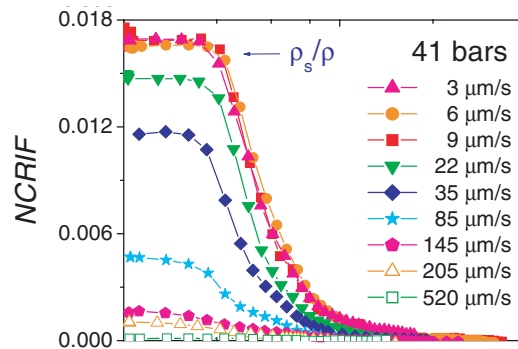


FIGURE 1.8 – Fraction supersolide en fonction de la vitesse d'excitation dans un cristal fait à volume constant à une pression finale de 41 bar.

montrent que la fraction supersolide commence à diminuer à partir de 22 $\mu\text{m/s}$. À partir de ces mesures expérimentales, ils définissent une vitesse critique d'environ 10 $\mu\text{m/s}$, au delà de laquelle la fraction supersolide commence à diminuer. Les mesures d'oscillateur de torsion permettent également d'extraire la dépendance en température de la dissipation dans le système. Les courbes présentées Fig. 1.9 représentent le décalage en période et l'amplitude de la résonance en fonction de la température dans le cas d'un polycristal fait à volume constant, pression finale 51

bar. L'amplitude de la résonance de l'oscillateur est inversement proportionnelle à

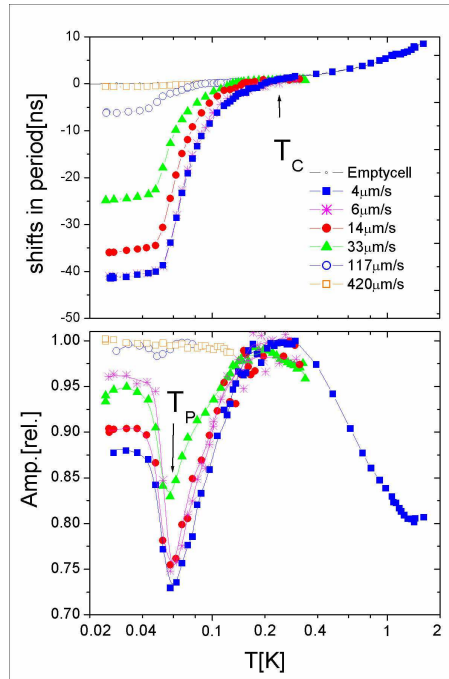


FIGURE 1.9 – Période de résonance et amplitude dans un cristal fait à volume constant (51 bar).

la dissipation. Ils observent dans tous leurs échantillons l'apparition d'un pic de dissipation dans la transition. Le maximum du pic de dissipation se trouve environ au milieu de la variation en période de l'oscillateur, à une température d'environ 60 mK. Ce comportement est très différent de ce qui est observé dans la mesure de la dépendance en température de la dissipation du liquide He II où dans ce cas la dissipation ne fait que diminuer lorsqu'on diminue la température (voir Fig. 1.1(a)). Dans l'hélium liquide II à mesure que la température diminue, la fraction superfluide ρ_s grandit au profit de la fraction de fluide normal ρ_n et la dissipation diminue dans le système. On ne peut expliquer simplement, en utilisant le modèle des deux fluides, la dépendance en température de la dissipation dans les mesures de Kim et Chan.

1.2.1.2 Expérience test : barrière

Dans une cellule similaire à la précédente, Kim et Chan réalisent une expérience test en ajoutant une petite barrière en magnésium entre les deux cylindres composant la géométrie annulaire de leur cellule (voir Fig. 1.10) dans le but de bloquer le courant superfluide. Les dimensions de cette cellule sont quelque peu différentes. Le diamètre extérieur est de 15 mm et l'épaisseur de l'anneau est de 1.1 mm. Ils observent dans la cellule avec barrière une fraction supersolide (NCRI) diminuée de près de 98.5 % par rapport au NCRI mesuré précédemment, de même le pic de dissipation est très atténué. Ils interprètent ce résultat comme le signe que la barrière a bloqué le courant superfluide principal dans l'anneau mais que des courants rotationnels sont permis (voir schéma de la Fig 1.10(b)) et qu'ils induisent

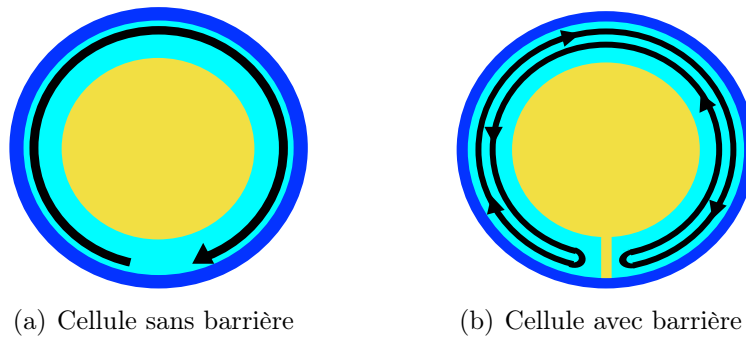


FIGURE 1.10 – Schéma de la circulation de courants superfluides dans une cellule sans barrière et dans une cellule avec une barrière.

une contribution non nulle au NCRI. Ces résultats ont été vérifiés par Rittner *et al.* [25] puis leur interprétation a ensuite été contestée par ces mêmes auteurs à la référence [26]. Les doutes sur l'interprétation proposée par Kim et Chan proviennent des résultats des mesures d'élasticité dans l'hélium 4 solide qui ont fait suite à ces expériences d'oscillateur de torsion et qui seront présentées à la section 1.2.2. En effet, ces mesures montrent que la rigidité du cristal ^4He augmente à basse température et que cette variation a la même allure en température que la variation de moment d'inertie dans les expérience d'oscillateur de torsion. Dans une géométrie d'oscillateur de torsion annulaire sans barrière, si l'on suppose que la partie externe de la cellule de torsion n'est pas parfaitement solidaire de la partie interne, alors le cristal ^4He situé entre les deux parties réalise un couplage mécanique non négligeable. Ce couplage a été appelé "effet colle", comme son nom l'indique le cristal ^4He joue le rôle de colle entre les deux parties de la cellule. Lorsque la rigidité du cristal ^4He augmente à basse température, c'est la rigidité de la colle du système qui change et cela peut avoir pour conséquence d'augmenter la fréquence de résonance de l'oscillateur et donc d'imiter un effet supersolide. Lorsque l'on place la petite barrière dans l'anneau alors les deux parties de la cellule sont fixées solidement et l'effet colle de l'hélium devient négligeable, ce qui explique que l'on n'observe plus l'apparition d'une fraction supersolide. Ces nouvelles interprétations ont été cruciales au moment de ma thèse et on pense maintenant que dans de nombreux oscillateurs pas suffisamment rigides, l'effet supersolide observé ne serait en fait qu'un artefact dû à l'anomalie élastique des cristaux ^4He . Très récemment, le groupe de Reppy [27] a proposé une méthode basée sur le calcul analytique des équations du mouvement d'un oscillateur de torsion à 3 modes pour déterminer si l'effet observé était dû à l'anomalie élastique ou à l'apparition d'une fraction supersolide. Ils ont observé que dans leur oscillateur de torsion, il était plus vraisemblable que l'effet observé soit causé par l'anomalie élastique du cristal ^4He .

1.2.1.3 Les récentes expériences d'oscillateurs de torsion

Les expériences de West *et al.* [28] de 2009 sont intéressantes car elles ont été réalisées dans une cellule particulièrement rigide, dans laquelle l'effet de l'anomalie élastique devrait être négligeable. Ils mesurent l'apparition d'une fraction supersolide

en dessous de 200 mK dans des polycristaux hcp ^4He de pureté naturelle en ^3He (300 ppb) préparés à une pression finale de 42 bar. Ils ont également mis en évidence l'absence d'un NCRI dans cet oscillateur de torsion pour des polycristaux ^3He hcp (130 et 67 bar), ayant une pureté en ^4He de 1.35 ppm. Dans ce même article, ils montrent des mesures du module de cisaillement dans des polycristaux ^3He hcp (119 bar) qui présentent une anomalie élastique en dessous de 200 mK. En conclusion, l'anomalie élastique se manifeste dans les deux types de cristaux ^3He et ^4He alors que l'anomalie de rotation ne se manifeste que dans les cristaux ^4He . La statistique quantique est donc importante dans ces expériences et les résultats semblent indiquer qu'une fraction supersolide apparait effectivement dans les cristaux ^4He (bosonique) et pas dans les cristaux ^3He (fermionique).

Choi *et al.* [29] ont réalisé des expériences sur des polycristaux ^4He dans un oscillateur de torsion placé dans un cryostat tournant. Dans cet oscillateur, ils ont placé des transducteurs piézoélectriques et peuvent mesurer le module de cisaillement en même temps que le NCRI. Nous présentons Fig. 1.11 les résultats obtenus en mesurant ces deux quantités tout en appliquant une rotation continue du cryostat. Ils observent que le NCRI diminue lorsqu'ils augmentent la vitesse angulaire

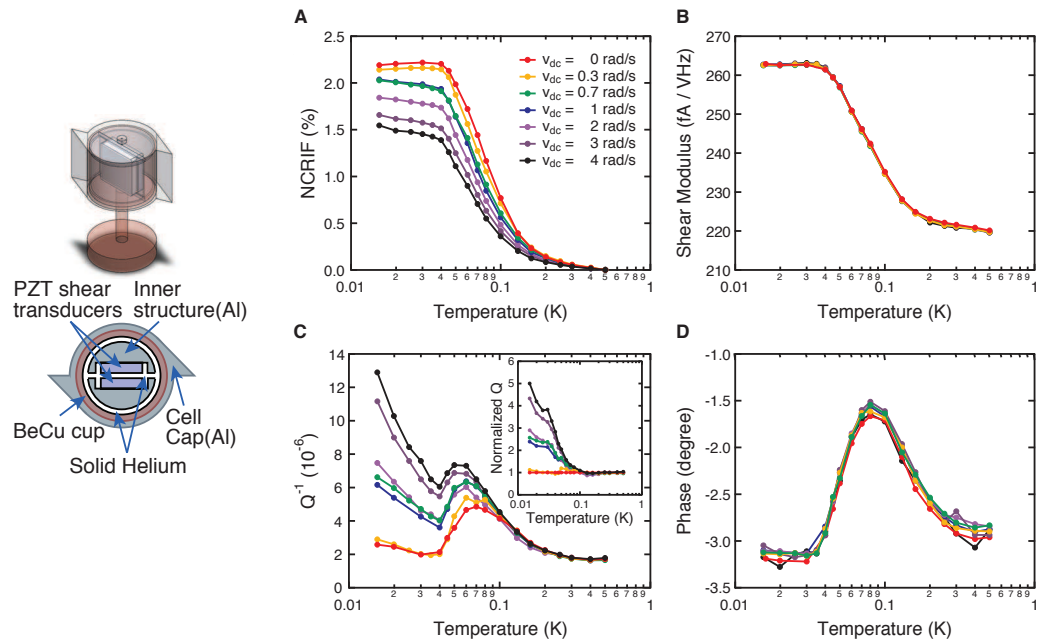


FIGURE 1.11 – Le NCRI et le module de cisaillement sont mesurés tandis qu'une rotation du cryostat à la vitesse angulaire V_{DC} est appliquée

de rotation du cryostat (V_{DC}) mais que le module de cisaillement reste inchangé. Cette différence de comportement semble indiquer que le NCRI observé ici est un véritable effet supersolide.

1.2.1.4 Interprétations et importance du désordre cristallin

Les expériences de Kim et Chan montrent l'apparition d'une fraction supersolide en dessous de 175 mK. Le modèle théorique d'une condensation de Bose-Einstein

de lacunes nécessite l'existence de lacunes de point zéro. Afin de déterminer si la présence de lacunes est stable pour le cristal d'hélium 4 à température nulle, de nombreux théoriciens ont étudié le coût et le gain en énergie associés avec la présence de lacunes de point zéro dans l'état fondamental du cristal d'hélium 4. En effet, d'un côté la présence d'une lacune dans le cristal parfait représente un coût en énergie potentielle correspondant à l'arrachement d'un atome du réseau. D'un autre côté, la lacune en se délocalisant sur tout le réseau permet de faire gagner de l'énergie cinétique (l'énergie d'échange) au système. On présente en annexe A un modèle simple pour expliquer ce terme d'énergie cinétique. Les simulations Monte Carlo des théoriciens [30, 31, 32] ont montré que l'énergie d'activation des lacunes (supérieure à 10 K) était beaucoup trop grande et que la probabilité de présence d'une lacune à la température où la transition supersolide apparaît expérimentalement (~ 175 mK) est peu probable. Le mécanisme expliquant l'anomalie de rotation observée dans les expériences d'oscillateur de torsion ne peut s'expliquer simplement par ce modèle théorique avancé dans les années 69-70. Après les observations de Kim et Chan de 2004, d'autres expériences [33, 34, 35, 36, 37] d'oscillateur de torsion dans l'hélium 4 solide ont donné des résultats dans des polycristaux d'hélium de différentes qualités cristallines. En faisant subir différents traitements thermiques (recuit, trempe) aux cristaux, ces groupes ont pu jouer sur la qualité des échantillons et ont montré que la fraction supersolide mesurée était plus grande lorsque l'échantillon cristallin était plus désordonné. La qualité des polycristaux dépend de la densité et de l'organisation des défauts cristallins du type *joints de grains* et *lignes de dislocation*. Les lignes de dislocation sont des défauts de dimension 1 dans la structure du cristal, il existe trois types de dislocations : les dislocations *coin*, les dislocations *vis* et les dislocations *mixte* (*coin* et *vis*). Les joints de grains sont les surfaces (2D) qui délimitent les grains d'orientation cristalline définie (voir schéma Fig. 1.12).

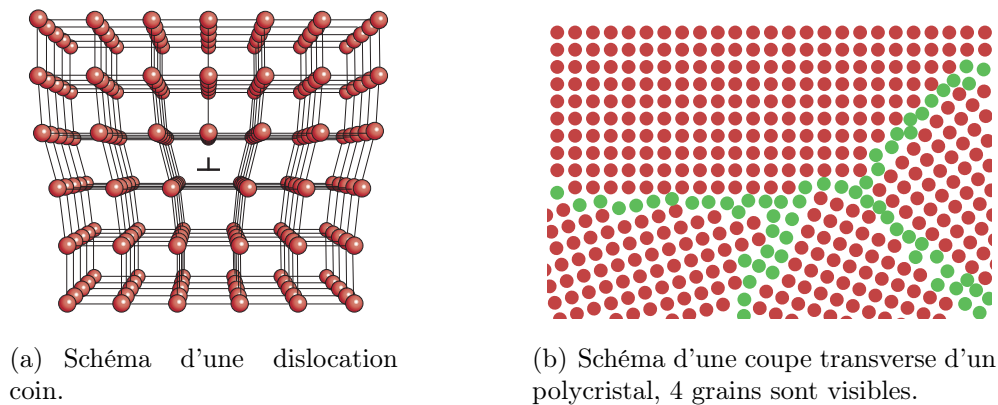


FIGURE 1.12 – Schéma de défauts cristallins.

Suite à ces résultats expérimentaux, il a naturellement été proposé que les défauts jouaient un rôle dans le phénomène de la supersolidité. Cette possibilité était aussi soutenue par l'idée que les défauts sont des régions du cristal où la déformation locale du réseau cristallin facilite la présence de lacunes et donc l'échange entre atomes par effet tunnel quantique. Des études théoriques ont montré, par ailleurs, que les défauts

eux mêmes pouvaient être le siège de courants superfluides, des courants superfluides dans les dislocations [38] et dans les joints de grains [39]. Étant donné que les mesures ont été réalisées dans des polycristaux contenant nécessairement des joints de grains, la question de l'existence d'un effet supersolide dans les monocristaux d'hélium se posait. Dans le but de répondre à cette question, le groupe de Chan [40] a réalisé des mesures d'oscillateur de torsion dans des monocristaux et observé que la fraction supersolide était certes plus faible que dans les polycristaux mais non nulle. Ces résultats semblent indiquer que l'origine de l'effet supersolide pourrait être induit par la présence des lignes de dislocations seules. Dès lors, on peut se poser la question de savoir si une fraction supersolide pourrait apparaître dans un cristal parfait ne contenant pas ou très peu de dislocations. En d'autres termes, la phase supersolide, si elle existe, est-elle une propriété intrinsèque du solide ? Nous avons essayé de répondre à cette question dans une expérience d'oscillateur de torsion transparent dans lequel nous pouvions réaliser des cristaux de différentes qualités cristallines. Les méthodes de croissance des échantillons sont présentées au chapitre 2 et les résultats obtenus dans l'oscillateur de torsion transparent sont présentés au chapitre 4.

Une autre raison de s'intéresser au rôle des dislocations vient de la dépendance en impuretés ^3He de l'anomalie de rotation. L'isotope ^3He est la seule impureté présente dans l'hélium 4 solide. En effet, à la température où l'hélium est solidifié toutes les autres impuretés sont adsorbées sur les parois de la cellule. L'hélium 3 est une impureté dans l'hélium 4 car sa masse étant plus faible ses fluctuations de point zéro sont plus grandes et il occupent un volume plus grand qu'un atome ^4He . Les résultats du groupe de Chan [41] (cf. Fig. 1.6(b)) montrent que la température de transition de l'anomalie de rotation dépend fortement de la quantité d'hélium 3 présente, même pour de très faibles concentrations de l'ordre du ppb. On pourra retenir la phrase d'Anderson prononcée à l'occasion du Workshop Supersolidity 2011 à New York :

"Why the hell a part per million of ^3He can affect the crystal in such a big effect ?"

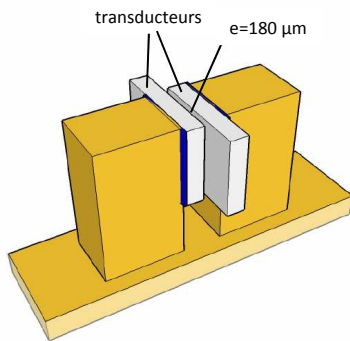
1.2.2 Anomalie élastique dans les cristaux ^4He

Des expériences d'élasticité des cristaux ^4He réalisées dans les années 80 [42, 43] ont montré que les impuretés ^3He s'adsorbaient sur les lignes de dislocations à basse température. Nous développons davantage ce modèle d'adsorption des impuretés ^3He sur les lignes de dislocation dans les sections suivantes.

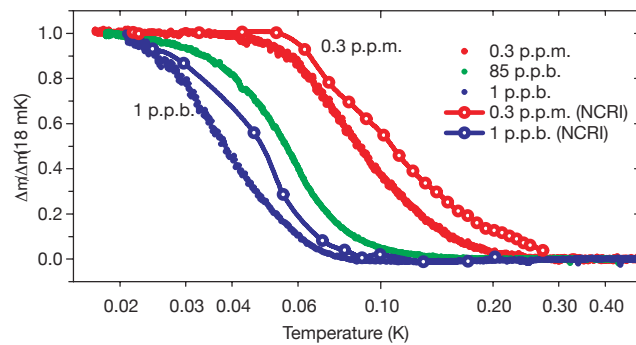
Suite aux observations de Kim et Chan de 2004, Day et Beamish ont réalisé une mesure directe du module de cisaillement. Le module de cisaillement est une quantité physique qui caractérise les solides par rapports aux liquides. En effet, dans un solide les atomes sont localisés et donc le module de cisaillement est non nul ce qui n'est pas le cas dans un liquide. On s'attend donc à ce que le module de cisaillement diminue à basse température, à mesure que la fraction superfluide apparaît dans le solide. Day et Beamish ont mesuré l'effet opposé, c'est-à-dire que le module de cisaillement augmente à basse température.

1.2.2.1 Mesure du module de cisaillement : Day et Beamish

En 2007, Day et Beamish [44] réalisent une mesure du module de cisaillement dans des polycristaux d'hélium 4 solide. Le schéma du dispositif ainsi que les résultats expérimentaux comparés à ceux du NCRI sont présentés Fig. 1.13. Le dispositif expérimental présenté Fig. 1.13(a) est principalement constitué d'une paire de transducteurs piézoélectriques parallèles séparés par un espace de $180\text{ }\mu\text{m}$. Les cristaux sont réalisés en refroidissant à volume constant et le cristal croît dans l'épaisseur entre les transducteurs. Ils appliquent une contrainte de cisaillement avec un des transducteurs et mesurent directement la réponse sur le deuxième transducteur.



(a) Schéma du dispositif pour la mesure du module de cisaillement



(b) Comparaison entre les mesures du NCRI et du module de cisaillement

FIGURE 1.13 – Day et Beamish 2007

Le graphique de la Fig. 1.13(b) montre la dépendance en température du module de cisaillement μ et du NCRI normalisés par leur valeur à basse température. Ils observent que le module de cisaillement et le NCRI ont la même dépendance en température à (très faible) concentration en ^3He donnée. Ce résultat étonnant signifie que les polycristaux d'hélium 4 deviennent plus rigides à la température où une fraction supersolide apparaît. Ils mesurent une augmentation du module de cisaillement en dessous de 200 mK pour des échantillons de différentes qualités, comprise entre 1 et 20 % [44, 45]. Ils réalisent également des mesures à différentes amplitudes d'excitation et obtiennent les courbes de la Fig. 1.14.

L'amplitude de l'excitation correspond à une amplitude de déplacement du transducteur émetteur convertie ensuite en une déformation dans le cristal (légende de la Fig. 1.14). Ils observent que l'amplitude de l'anomalie élastique diminue à forte amplitude.

D'après des résultats expérimentaux sur les propriétés élastiques des cristaux ^4He présentés dans la section suivante, Day et Beamish interprètent l'augmentation du module de cisaillement à basse température par le piégeage d'impureté ^3He sur les lignes de dislocation du cristal. Lorsque les lignes de dislocation sont bloquées par les impuretés, le cristal se durcit et le module de cisaillement augmente. Le piégeage des impuretés dépend de l'énergie de liaison des atomes ^3He sur les dislocations ($\sim 0.7\text{ K}$) et le rapport des concentrations en impuretés ^3He sur les dislocations et dans le solide suit la loi de Boltzmann correspondante. Ceci explique qu'à faible

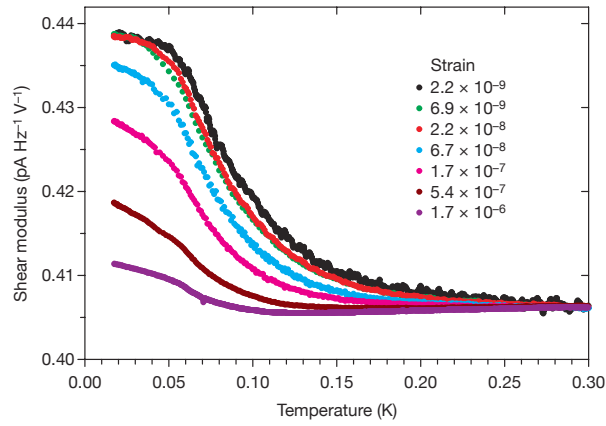


FIGURE 1.14 – Dépendance en température du module de cisaillement à différentes amplitudes d’excitation [44].

concentration en ^3He , l’augmentation du module de cisaillement soit déplacée à plus basse température. Par ailleurs, ce modèle explique aussi que sous l’effet d’une contrainte suffisante les dislocations peuvent se décrocher des impuretés ^3He ce qui diminue le module de cisaillement effectif. Le modèle de piégeage des dislocations par les impuretés explique la dépendance en température ainsi que la dépendance en amplitude du module de cisaillement des cristaux ^4He dans les expériences de Day et Beamish. Ce modèle permet aussi d’interpréter les résultats d’expériences similaires de mesure du module de cisaillement dans des cristaux ^4He , réalisées par Mukharsky *et al.* [46, 47]. Par ailleurs de très récents résultats de Penzyev *et al.* [48] ont montré une variation de près de 40 % du module de cisaillement, entre 40 mK et 1K, dans des polycristaux,.

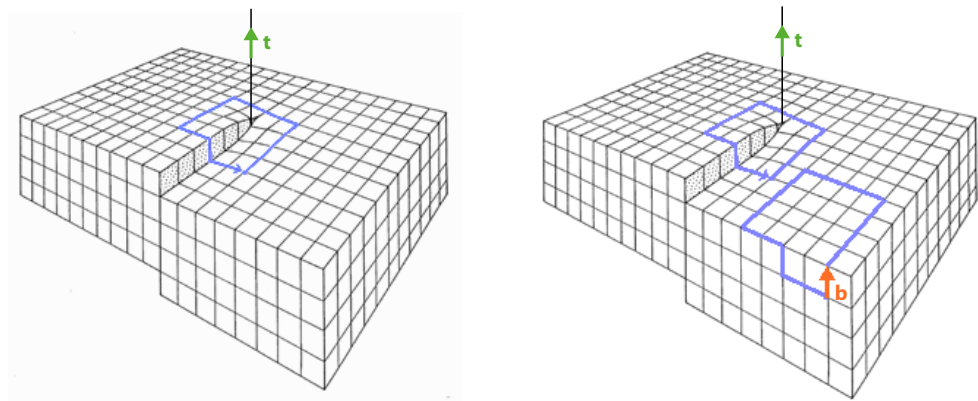
Nous utilisons le modèle du piégeage des dislocations par les impuretés ^3He dans le chapitre 3 pour interpréter nos résultats expérimentaux sur les mesures acoustiques dans des cristaux ^4He . Ce modèle de piégeage est donc décrit plus en détails ci-après.

1.2.2.2 Modèle de piégeage des dislocations

Les dislocations sont des défauts topologiques unidimensionnels importants car ils détruisent l’ordre à grande distance du cristal. La dislocation a été définie par Volterra, physicien italien, en 1905. En 1934, les physiciens E. Orowan, G. I. Taylor et M. Polanyi expliquèrent indépendamment la plasticité des métaux à partir du déplacement de dislocations coin. On sait maintenant que les dislocations sont responsables des propriétés mécaniques typiques des métaux. Voici quelques références sur le sujet [49, 50, 51]. Les propriétés physiques des dislocations dans les métaux ont été largement confirmées par l’observation de leurs mouvements à l’aide de techniques comme le microscope électronique à transmission (1950) et les rayons X. Dans l’hélium solide l’observation des dislocations est plus difficile, notamment pour observer une dislocation unique. Leur étude a essentiellement été faite au travers d’expériences d’acoustique et d’ultrasons [52, 53, 43, 54, 55, 56]. Les

dislocations se sont aussi révélées être importantes pour interpréter des mesures de plasticité [57, 58], des mesures de conductivité thermique [59, 60, 61] ainsi que le mouvement d'ions dans l'hélium solide [62]. Il existe aussi des mesures de topographie aux rayons X [63, 64, 65] et de rayons X durs [66] ayant permis d'observer des plans de dislocations.

Il existe trois types de dislocations, les dislocations coin, vis et mixte (coin et vis). La dislocation est entièrement définie en chaque point de l'espace par la donnée de deux vecteurs : le vecteur $\mathbf{t}(x, y, z)$ qui définit la direction de la ligne et le *vecteur de Burgers* $\mathbf{b}(x, y, z)$ qui spécifie l'amplitude et la direction de la déformation du réseau. On peut construire le vecteur de Burgers en faisant une boucle autour de la dislocation et en copiant cette même boucle sur le cristal parfait où dans ce cas la boucle ne peut se refermer. Le vecteur de Burgers est le vecteur permettant de refermer la boucle. Nous présentons un exemple Fig. 1.15 de construction du vecteur de Burgers dans un cas simple d'une dislocation vis dans un cristal cubique. Le vecteur de Burgers d'une dislocation vis est parallèle à la direction de la ligne



(a) Une boucle (bleue) est réalisée autour d'une dislocation vis. Le vecteur \mathbf{t} (vert) est aligné dans la direction de la ligne de dislocation.

(b) La même boucle est réalisée sur le cristal parfait. Le vecteur manquant (orange) est le vecteur de Burgers \mathbf{b} .

FIGURE 1.15 – Schéma d'une dislocations vis.

de dislocation alors que dans une dislocation coin, il lui est perpendiculaire (voir schéma Fig. 1.16 de ces vecteurs dans le cas d'une dislocation coin).

Le *plan de glissement* de la dislocation est celui qui contient les deux vecteurs \mathbf{t} et \mathbf{b} de la dislocation. Les atomes entourant la dislocation ne sont pas situés sur les sites naturels du réseau cristallin, cette distorsion du réseau induit un champ de déformation et de contrainte dans tout le cristal. Par l'intermédiaire de ce champ de contrainte, l'interaction effective entre deux dislocations est attractive ou répulsive en fonction du leur vecteur de Burgers. Deux dislocations coins parallèles, de même plan de glissement et de même vecteur de Burgers se repoussent. Si les vecteurs de Burgers sont opposés en signe alors elles s'attirent. De mêmes deux dislocations vis de même vecteur de Burgers se repoussent alors que deux dislocations vis de vecteur de Burgers opposé s'attirent. Les dislocations dans un cristal s'arrangent

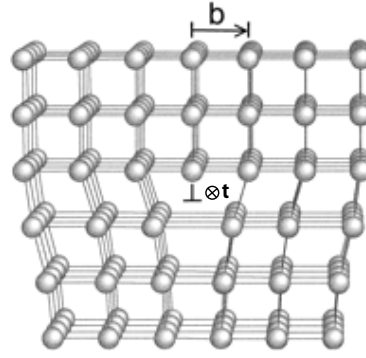
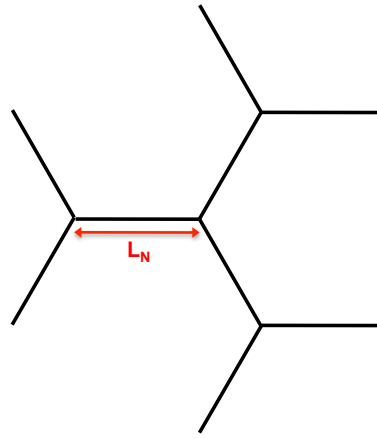


FIGURE 1.16 – Schéma d'une dislocation coin.

généralement en un réseau tridimensionnel (ou réseau de Frank), voir le schéma à 2D Fig. 1.17.

FIGURE 1.17 – Schéma d'un réseau de dislocations où L_N est la distance entre les noeuds du réseau.

La densité de dislocation Λ d'un cristal est définie par la longueur totale de lignes de dislocations par unité de volume (m/m^3 ou m^{-2}). Dans le cas simple d'un réseau de dislocations tridimensionnel, cubique, la densité de dislocations est reliée à la distance entre les noeuds du réseau L_N par :

$$\Lambda L_N^2 = 3 \quad (1.9)$$

Une contrainte σ appliquée au cristal induit une force sur chaque dislocation. La déformation totale du cristal est la somme d'une contribution du réseau cristallin et d'une contribution due au déplacement des dislocations. La rigidité totale du cristal dépend donc des propriétés du réseau de dislocations. On peut écrire la relation contrainte-déformation de l'élasticité linéaire de la manière suivante :

$$\sigma = \mu \cdot (\epsilon_r + \epsilon_d) \quad (1.10)$$

où μ est le module de cisaillement effectif du cristal, ϵ_r est la déformation du réseau cristallin et ϵ_d est la déformation du réseau de dislocations. La densité de dislocations

des monocristaux d'hélium 4 est obtenue à partir des mesures d'ultrasons [52, 53, 54, 55, 56] et de certaines hypothèses faites sur le réseau de dislocations provenant de la théorie de Granato et Lücke [67]. Cette théorie décrit la dynamique des dislocations en utilisant un modèle de "corde vibrante amortie". Dans ce modèle théorique, la dislocation est vue comme une corde vibrante fixée à ses extrémités par des points de piégeage, qui peuvent être les noeuds du réseau de dislocations, des impuretés dans le cristal, des joints de grains, les parois de la cellule ou même les *crans* (ou "jog" en anglais) qui sont des marches montante ou descendante de la dislocation coin dans un plan autre que son plan de glissement (voir section suivante 1.2.2.3).

Les mesures d'ultrasons montrent que la fréquence de résonance des segments de dislocations entre les points de piégeage est comprise, typiquement, entre 3 et 50 MHz. Les résultats dépendent beaucoup de la qualité des cristaux étudiés, la densité de dislocations Λ mesurée dans les monocristaux ^4He varie entre 10^3 cm^{-2} [68] et 10^9 cm^{-2} [56] en fonction des approximations utilisées dans la théorie de Granato et Lücke et de la qualité des échantillons. Ces résultats conduisent dans le cas simple d'un réseau cubique de dislocations à une distance L_N entre noeuds du réseau de dislocations comprise entre $0.5 \text{ }\mu\text{m}$ ($\Lambda=10^9 \text{ cm}^{-2}$) et $500 \text{ }\mu\text{m}$ ($\Lambda=10^3 \text{ cm}^{-2}$). Les résultats des mesures d'ultrasons dans les monocristaux ^4He s'interprètent relativement bien avec ce modèle, en considérant les impuretés ^3He comme des points de piégeage pour les dislocations. Lorsqu'elle est piégée la dislocation ne vibre plus qu'entre deux impuretés ^3He séparées d'une distance L_i (voir schéma Fig. 1.18).

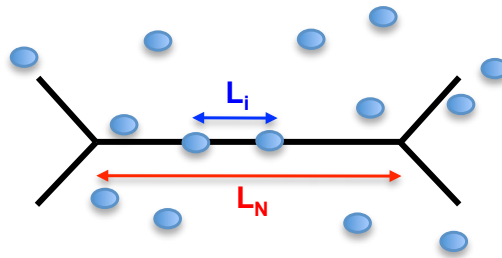


FIGURE 1.18 – Schéma d'une dislocation piégée par deux impuretés séparées d'une distance L_i . Les ronds bleus représentent des atomes ^3He .

Des études en température de cristaux d'hélium 4 ont aussi permis de définir l'énergie de piégeage E_b d'un atome ^3He sur une ligne de dislocation. D'après les mesures d'ultrasons d'Iwasa *et al.* [52, 42] réalisées dans des monocristaux ^4He , $E_b \simeq 0.3 \text{ K}$ alors que les mesures du coefficient élastique c_{44} ⁵ de Paalanen *et al.* [43] réalisées dans des monocristaux ^4He permettent de définir $E_b \simeq 0.7 \text{ K}$. De récentes mesures du module de cisaillement de Syshchenko *et al.* [68] réalisées à différentes fréquences (entre 0.5 et 8 kHz) dans des polycristaux ^4He sont mieux ajustées en considérant une distribution statistique $n(E)$ pour l'énergie de piégeage, donnée par :

$$n(E) = B \exp - \frac{(\ln E - \ln \Delta)^2}{W^2} \quad (1.11)$$

5. c_{44} est le coefficient élastique de la structure cristalline hexagonale compacte (hcp). On donne plus de détails sur les coefficients de cette structure à la section 3.1.3 du chapitre 3

où B est un facteur de normalisation, $\Delta = 0.73K$ est une énergie caractéristique de piégeage et $W = 0.45$ représente la largeur de la distribution. Ces valeurs sont déterminées en ajustant les données expérimentales. On présente l'allure de la distribution d'énergie normalisée avec ces paramètres Fig. 1.19.

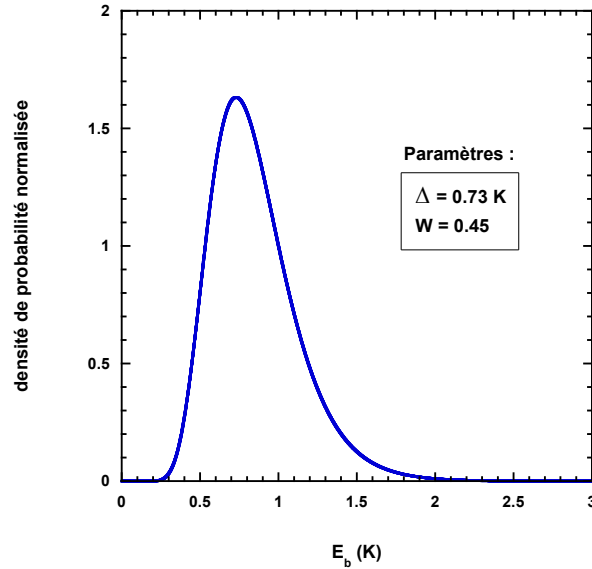


FIGURE 1.19 – Distribution d'énergies de piégeage d'un ^3He sur une dislocation

Cette distribution d'énergie qui ressemble à une loi log-normale, est relativement large autour de l'énergie caractéristique $\Delta = 0.73 \text{ K}$, signe que le réseau de dislocations est relativement désordonné et qu'il existe des sites de piégeage pour les ^3He de différentes profondeurs en énergie.

1.2.2.3 Mouvement des dislocations dans un cristal quantique

Les mécanismes décrits précédemment s'appuient sur la mobilité des dislocations. Il existe un type de déplacement appelé la *montée* (ou "climbing" en anglais) qui exige un transport de matière. La Fig. 1.20 montre l'arrivée d'une lacune, sur le bord du demi-plan supplémentaire, associée à une dislocation coin.

Cette montée déforme la dislocation en y produisant deux *crans* (ou "jog" en anglais). C'est *crans* sont l'amorce du déplacement de la ligne de dislocation vers le haut, perpendiculairement au plan de glissement. Une translation de toute la ligne est obtenue si des lacunes viennent se substituer à tous les atomes du bord du demi plan supplémentaire. Ce type de mouvement nécessite donc une forte diffusion de lacunes à travers tout le cristal et il est peu probable que ce type de déplacement soit possible dans l'hélium 4 solide à basse température étant donnée la très faible densité des lacunes.

En revanche, une dislocation peut se déplacer plus facilement dans son plan de glissement défini par les deux vecteurs \mathbf{t} et \mathbf{b} . Ce mouvement, appelé *glissement* (ou "gliding" en anglais), ne nécessite pas de transport de matière. Il nécessite cependant que la dislocation franchisse les barrières d'énergie du potentiel de Peierls pour se

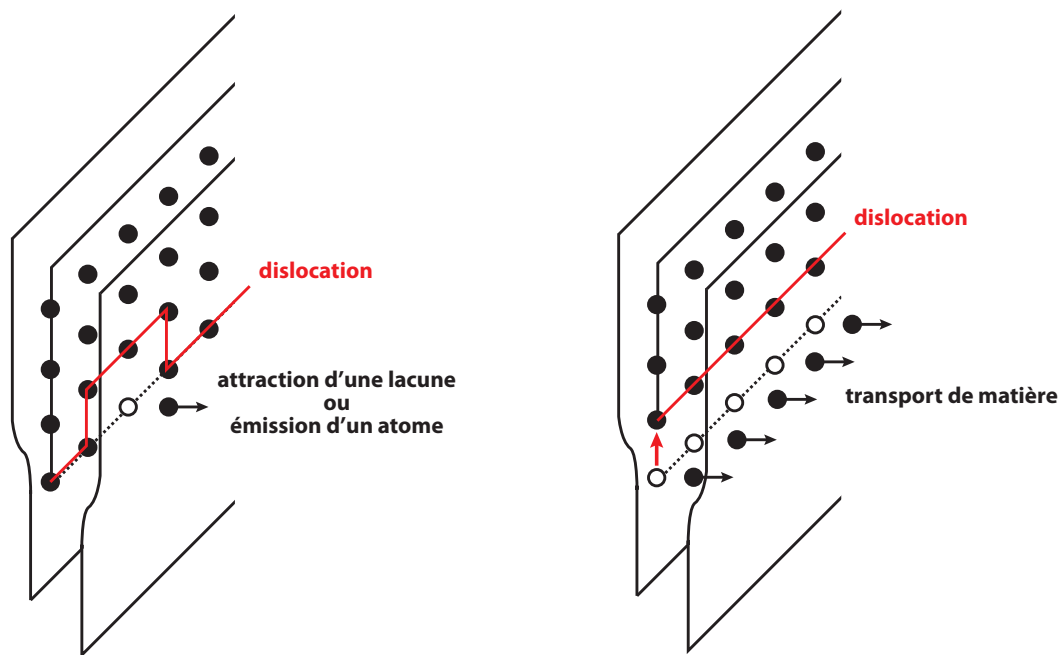


FIGURE 1.20 – Montée d'une dislocation coin par migration de lacunes vers le bord du demi-plan supplémentaire.

déplacer de vallée en vallée. Ce potentiel de Peierls est la surface d'énergie vue par la dislocation et généré par le réseau cristallin. À l'échelle microscopique la transition de la ligne de dislocation d'une vallée du potentiel à une autre est appelée *décrochement* (ou "kink" en anglais). Un *décrochement* dans un sens ou dans l'autre aura un signe positif ou négatif selon la convention fixée au départ. On représente une dislocation coin se déplaçant dans son plan de glissement Fig. 1.21.

Dans les métaux le franchissement des barrières d'énergie du potentiel de Peierls peut se faire par l'application d'une contrainte mécanique ou par les fluctuations thermiques. Dans un cristal quantique comme l'hélium 4 solide, la dislocation peut aussi traverser cette barrière d'énergie par effet tunnel quantique [69]. Le mouvement de la dislocation se fait alors par le déplacement de *décrochements* pouvant être vus comme des *quasiparticules* se déplaçant à une dimension sur la ligne de dislocation. Les propriétés physiques des dislocations dans les cristaux quantiques sont un sujet de recherche riche et il a été proposé récemment par Kuklov et ses collaborateurs [70, 71], une autre explication théorique pour l'augmentation du module de cisaillement des cristaux ^4He à basse température observée par Day et Beamish. Ils prédisent que les dislocations peuvent subir une transition de phase *rugueuse* à 1D à une température finie. C'est à dire que les dislocations sont lisses et le cristal "rigide" en dessous d'une température critique et que les dislocations sont rugueuses et le cristal "mou" au-dessus de cette température. Ils prédisent que cette transition peut se produire en absence d'impuretés ^3He et que la dépendance en fonction de la concentration en impuretés ^3He est une conséquence du fait que l'énergie nécessaire pour créer un *décrochement* est plus grande lorsqu'il est "habillé" d'un atome ^3He .

Nous montrons au chapitre 3 au travers de nos résultats expérimentaux que

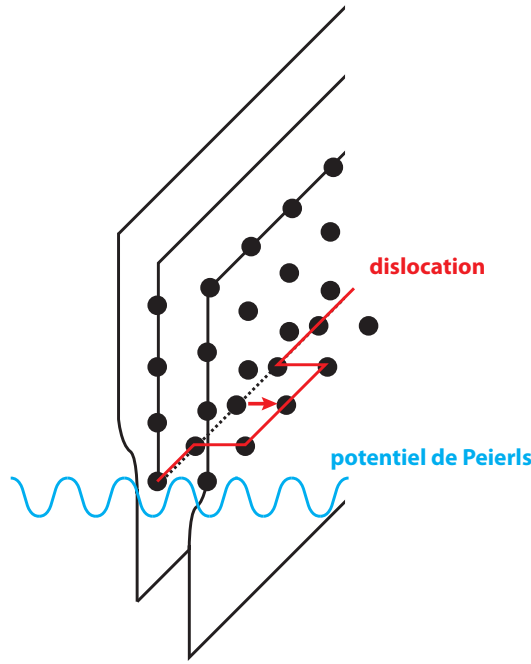


FIGURE 1.21 – Schéma d’une dislocation coin se déplaçant dans son plan de glissement par la génération de deux *décrochements* de signe opposés. Il n’y a pas de transport de matière.

les dislocations dans des cristaux d’hélium 4 de très bonne qualité et ultrapurs présentent des propriétés quantiques remarquables. En particulier, nous montrons que le mouvement des dislocations dans ces cristaux peut se faire pratiquement sans dissipation d’énergie sur des échelles macroscopiques à vitesse élevée. Nous discutons également au chapitre 3 cette théorie de transition rugueuse des dislocations dans l’étude des résultats obtenus dans nos expériences d’acoustique réalisées sur des cristaux ultrapurs.

1.2.3 Autres interprétations de l’anomalie de rotation

Nous présentons des interprétations différentes de celle proposée par Kim et Chan pour interpréter leur résultats expérimentaux sur l’oscillateur de torsion.

1.2.3.1 Théorie de la réponse linéaire : susceptibilité de rotation

Certains groupes ont développé d’autres modèles physiques pour interpréter les mesures d’oscillateur de torsion dans l’hélium 4 solide. Certains théoriciens [72, 73, 74] ont signalé que la quantité physique mesurée dans l’oscillateur de torsion n’était pas le moment d’inertie de l’oscillateur de torsion mais plutôt la susceptibilité de rotation du système χ soumis à un couple de torsion extérieur Γ . En transformée de Fourier temporelle, le déplacement angulaire θ de l’oscillateur est :

$$\theta(\omega) = \chi(\omega) \cdot \Gamma(\omega) \quad (1.12)$$

On peut trouver la reformulation du problème de l'oscillateur de torsion en terme de susceptibilité dans la thèse de B. Hunt [75] ainsi que dans [74] et [76]. La susceptibilité $\chi(\omega)$ représente la fonction de réponse du système total composé de l'inertie de rotation de l'oscillateur, l'inertie de l'hélium 4 solide, les constantes de raideur ainsi que la dissipation dans le système. Dans ce formalisme, trouver la fréquence propre du système revient à trouver les pôles de la fonction $\chi(\omega)$ avec ω complexe, c'est-à-dire résoudre :

$$\chi^{-1}(\omega) = 0 \quad (1.13)$$

L'inverse de la susceptibilité $\chi^{-1}(\omega)$ peut se représenter comme la somme d'une contribution venant de l'oscillateur de torsion seulement $\chi_0^{-1}(\omega)$ et d'une contribution venant de l'hélium seulement $g(\omega)$.

$$\chi^{-1}(\omega) = \chi_0^{-1}(\omega) - g(\omega) \quad (1.14)$$

La réponse de l'hélium est donc toute comprise dans cette seule fonction $g(\omega)$, cette fonction peut revêtir différentes formes pour différents modèles physiques. Dans ce formalisme seule la fonction $g(\omega, T)$ dépend de la température. On constate que dans le cas particulier où la cellule de torsion n'est pas suffisamment rigide, la situation n'est pas si simple puisqu'il y a un couplage entre la fonction de réponse de l'oscillateur vide et celle du cristal ^4He jouant le rôle de colle. On peut cependant laisser ce problème de côté et considérer les différentes formes possibles de la fonction $g(\omega)$. Dans le modèle de transition supersolide tel que celui proposé par Kim et Chan, la fraction supersolide se découple du reste du système, la fonction de réponse de l'hélium 4 solide a dans ce cas la forme suivante :

$$g_{ss}(\omega, T) = -I_{He} \left(1 - \frac{\rho_s(T)}{\rho} \right) \omega^2 \quad (1.15)$$

où I_{He} est le moment d'inertie, ρ la densité et ρ_s la densité superfluide au sein du cristal ^4He . Kim et Chan observent un pic de dissipation à la température où le changement de période apparaît. Cette forme de susceptibilité n'introduit pas de dissipation et ne peut donc interpréter l'intégralité des résultats observés dans les expériences d'oscillateurs de torsion. L'interprétation de Kim et Chan de 2004 de l'observation d'une anomalie de rotation en termes de fraction supersolide est donc contestable parce qu'ils n'observent pas la signature habituelle d'une fraction superfluide dans la mesure de la dissipation en fonction de la température. On rappelle que dans l'hélium 4 liquide, à mesure que l'on baisse la température en dessous de la température de transition, la dissipation diminue (cf. Fig. 1.1). En revanche, d'autres formes de susceptibilité peuvent faire apparaître ce pic de dissipation au centre de la transition. Il y a la susceptibilité de Debye utilisée, par exemple, pour décrire la polarisation d'un milieu diélectrique sous l'effet d'un champ électrique oscillant à la pulsation ω où le temps de relaxation τ est le temps caractéristique nécessaire aux dipôles rigides pour se retourner et changer d'orientation dans le champ électrique variable.

$$g_d(\omega, T) = \frac{g_0}{1 - i\omega\tau(T)} \quad (1.16)$$

Le modèle de Debye décrit dans cet exemple le fait qu'aux basses fréquences ($\omega \ll 1/\tau$), les dipôles permanents suivent instantanément les variations sinusoïdales du champ et qu'aux hautes fréquences ($\omega \gg 1/\tau$), les dipôles n'ont plus le temps de s'aligner dans le champ variable. Dans les mesures d'oscillateur de torsion, l'utilisation de la susceptibilité de Debye permet de capturer l'allure de la dépendance en température de la période et de la dissipation prises séparément mais échoue quantitativement lorsque on essaye d'ajuster les deux quantités en même temps. D'autres susceptibilités ont été proposées dans le but d'ajuster au mieux la période et la dissipation en même temps. Une susceptibilité de Debye "améliorée" a été proposée par Nussinov *et al.* [72] considérant une distribution de temps de relaxation (τ_s). Cette susceptibilité est habituellement utilisée pour décrire les verres. Il y a aussi la susceptibilité du modèle décrivant l'hélium 4 solide comme un milieu élastique ayant une friction interne, c'est-à-dire un milieu viscoélastique [74, 77].

De manière générale ces susceptibilités permettent d'ajuster plus ou moins les résultats expérimentaux obtenus dans les oscillateurs de torsion mais en revanche n'expliquent pas l'origine du phénomène physique sous-jacent conduisant à cette susceptibilité de rotation. Notamment, les excitations dont il est question dans ces susceptibilités de Debye ou vitreuses ne sont pas définies. On remarque cependant que dans les oscillateurs où l'anomalie de rotation observée est due à la variation du module élastique de l'hélium 4 solide, ce type de susceptibilités de Debye pourrait s'interpréter en termes de piégeage des impuretés ^3He sur les dislocations. En effet, l'utilisation d'une susceptibilité de Debye permet d'ajuster remarquablement bien les mesures du modules de cisaillement dans les expériences de Syshchenko *et al.* [68] à condition de prendre une distribution d'énergies de piégeage ou ce qui revient au même une distribution de temps τ de relaxation.

1.2.3.2 Effet élastique sur l'oscillateur de torsion

L'anomalie élastique trouve une interprétation satisfaisante en terme de piégeage des dislocations par les impuretés ^3He , bien qu'elle soit critiquée par Anderson [78]. On peut donc se poser la question de l'effet de cette anomalie élastique sur la mesure de la période dans les oscillateurs de torsion. À priori, il est possible de calculer facilement l'effet d'une augmentation du module de cisaillement du solide ^4He sur la mesure de la période. Un calcul analytique et une simulation numérique par éléments finis ont été réalisés dans le cas d'un oscillateur de torsion de géométrie cylindrique dans l'article de Clark *et al.* [40]. Ils trouvent qu'une augmentation de 20 % du module de cisaillement comme celle reportée dans les expériences de Day et Beamish induit une fraction supersolide apparente dans leurs mesures d'oscillateur de torsion insuffisante pour interpréter les variations de périodes observées. Il n'est pas exclu cependant que l'effet de la rigidité de l'hélium sur l'oscillateur de torsion soit plus importante que celle calculée dans ces travaux. A ce sujet, Maris et Balibar [79] ont montré que l'anomalie élastique de l'hélium 4 solide pouvait avoir une plus grande influence sur les mesures d'oscillateur de torsion si celui-ci n'était pas suffisamment rigide. Ils ont également montré que la fraction supersolide apparente pouvait dans ce cas être aussi grande que celle reportée dans les expériences d'oscillateur de torsion. Nous donnerons des précisions sur l'importance de l'effet

élastique dans les expériences d'oscillateur de torsion au chapitre 4. Toutefois, il semblerait que de récentes expériences d'oscillateurs de torsion [28, 80] construites de telle sorte que l'effet élastique puisse être ignoré, ont montré qu'il subsistait une fraction supersolide dans les cristaux ^4He . La fraction observée ($\sim 0.003\%$) est cependant sensiblement plus faible que celles reportées auparavant et ils ne mesurent pas de pic de dissipation.

1.2.3.3 Modèle de glissement du solide ^4He

Le modèle de J. G. Dash et J. S. Wettlaufer de 2005 [81] propose une autre interprétation de l'effet observé dans l'oscillateur de torsion de Kim et Chan. Ils montrent que si les conditions de non glissement du solide sur les parois de la cellule de l'oscillateur ne sont pas parfaitement remplies alors la variation de période mesurée pourrait s'expliquer par la présence d'un film superfluide sur ces parois.

1.2.3.4 Modèle de vortex

Une description de l'effet supersolide en termes de vortex a été proposée par Anderson [82, 73]. Il suggère que de la masse peut s'écouler par l'intermédiaire des vortex dans le solide quantique ^4He . Il invoque pour cela un "liquide de vortex", c'est-à-dire un enchevêtrement de vortex interconnectés. Ce liquide de vortex prolifère à la transition et par son interaction avec le réseau cristallin peut conduire à une augmentation de la rigidité du système.

1.2.4 Conclusion

Les résultats expérimentaux principaux montrent deux types d'anomalies présentes dans l'hélium 4 solide, une anomalie de rotation observée dans les expériences d'oscillateurs de torsion et une anomalie élastique observée dans les mesures du module de cisaillement. Ces deux anomalies sont sensibles au désordre cristallin sans que cette dépendance soit pour autant bien caractérisée. Ces anomalies sont également très sensibles à la présence, même en faibles quantités, d'impuretés ^3He . Il est difficile de croire que ces deux anomalies surviennent aux mêmes températures et qu'elles ont des dépendances au désordre et à la concentration en ^3He similaires sans qu'elles soient connectées. Il reste donc à comprendre les liens qui unissent ces deux anomalies ce qui passe nécessairement par une compréhension des mécanismes liés au désordre et à la pureté des cristaux d'hélium 4. Les modèles théoriques proposés ne permettent pas de caractériser à la fois l'anomalie de rotation et l'anomalie élastique. Nous ferons une proposition basée sur la superfluidité des dislocations à la fin du chapitre 4.

1.3 Autres expériences

Nous présentons sans entrer dans les détails d'autres expériences de supersolidité dans des cristaux ^4He , que celles d'oscillateur de torsion et d'anomalie élastique présentées précédemment.

1.3.1 Écoulements de masse

Si une fraction supersolide apparaît dans l'hélium 4 solide en dessous d'une température critique alors il devrait être possible d'observer directement un écoulement continu de masse dans le solide.

Day et Beamish [83] ont réalisé une expérience d'écoulement de masse dans des polycristaux ^4He . L'hélium solide est mis sous pression de façon à le forcer à passer au travers d'un réseau de capillaires (diamètre des capillaires $25\ \mu\text{m}$). Une jauge de pression placée de l'autre côté du réseau de capillaires leur permet de mesurer si le solide coule ou non au travers de ce réseau de capillaires. Les mesures ne leur permettent pas de mesurer d'écoulement. Ils peuvent dire que si un écoulement existe sa vitesse est nécessairement plus faible que $1.2 \times 10^{-14}\ \text{m/s}$ ce qui correspond à une vitesse 7 ordres de grandeur plus faible que la vitesse critique mesurée dans les expériences d'oscillateur de torsion.

Une expérience d'écoulement a aussi eu lieu dans notre équipe avant mon arrivée. Sasaki *et al.* [84, 85] ont étudié les écoulements de masse au travers de monocristaux et de polycristaux ^4He dans des tubes en verre (diamètre $1\ \text{cm}$). Ils ont contrôlé la hauteur de l'interface liquide-solide en deux endroits de la cellule grâce à notre cryostat optique et ont mesuré une relaxation de l'interface liquide-solide la plus haute vers une hauteur d'équilibre uniquement dans les cristaux ayant des joints de grain et pas dans les monocristaux. Ceci semble indiquer que les dislocations présentes dans les monocristaux ne permettent pas d'écoulement superfluide. Cependant la température la plus basse atteinte était de $50\ \text{mK}$ et il semble aujourd'hui que cette température n'était pas suffisamment basse pour observer un courant superfluide dans les monocristaux. En effet, lorsque le cristal est en équilibre avec le liquide à basse température, les impuretés ^3He vont dans le liquide (nous le montrerons au chapitre 2). La pureté des cristaux est donc beaucoup plus grande que la pureté nominale de la bouteille d'hélium 4 et donc la transition est à plus basse température. Nous montrons aussi au chapitre 3 une anomalie élastique dans des monocristaux ^4He survenant en dessous de $50\ \text{mK}$. Par ailleurs, il semblerait que dans les expériences de Sasaki *et al.* l'écoulement observé dans le cas des polycristaux soit en fait un écoulement le long de canaux liquides formés à l'interface entre les joints de grain et la paroi en verre du tube. Ces expériences seraient à réitérer à plus basse température en absence de canaux liquides si possible et avec une résolution beaucoup plus grande, par exemple, en utilisant une mesure d'interférométrie.

De récentes expériences d'écoulement ont été réalisées par Ray *et al.* [86, 87, 88] utilisant l'effet thermomécanique (effet fontaine) de l'hélium 4 superfluide de part et d'autre d'un échantillon solide ^4He macroscopique pour lui appliquer une différence de potentiel chimique et induire un transfert de masse en son sein. Ils ont observé des flux de masse en dessous de $600\ \text{mK}$ et une forte diminution de ce flux de masse aux alentours de $80\ \text{mK}$ en fonction de la qualité de leurs échantillons cristallins. La température de transition observée de $600\ \text{mK}$ est beaucoup plus élevée que celle reportée dans les nombreuses expériences d'oscillateur de torsion et d'anomalie élastique ce qui jette un doute sur le rapport entre ces résultats et l'anomalie de rotation observée en dessous de $200\ \text{mK}$ par Kim et Chan puis par de très nombreuses autres équipes.

1.3.2 Propriétés thermodynamiques

Les observations des expériences d'oscillateur de torsion et d'anomalie élastique ne permettent pas de distinguer entre une transition de phase supersolide et un "cross over" entre des lignes de dislocations piégées ou non par les impuretés ^3He . Si la phase supersolide apparaît en dessous d'une température critique, il devrait être possible de l'observer dans ses propriétés thermodynamiques, par exemple, chaleur spécifique, pression d'équilibre liquide-solide, constante diélectrique.

1.3.2.1 Chaleur spécifique

Les expériences de Lin *et al.* [89, 90] montrent un écart au terme en T^3 de la chaleur spécifique des phonons thermiques apparaissant en dessous de 200 mK. En soustrayant ce terme en T^3 des données expérimentales, on voit apparaître un large pic de chaleur spécifique centré à une température de 75 mK et compris entre 200 et 25 mK pour les polycristaux et un pic de plus faible amplitude et moins large, compris entre 100 et 25 mK pour des monocristaux. Par ailleurs, ils n'observent pas de dépendance à la concentration en ^3He . Les auteurs ont interprété ce pic de chaleur spécifique comme la signature d'une transition de phase supersolide. Toutefois ces résultats restent controversés.

1.3.2.2 Pression d'équilibre liquide-solide

Todoshchenko *et al.* [91, 92] ont réalisé des mesures avec une précision de $\sim 0.5 \mu\text{bar}$, de la courbe de fusion de l'hélium 4 solide entre 10 et 450 mK pour une concentration en ^3He inférieur à 0.1 ppm. Ils observent la contribution à la pression d'équilibre, en T^4 , des phonons dans le liquide et dans le solide ainsi qu'une déviation en T^8 , en dessous de 80 mK, qu'ils ont attribué plus tard à une anomalie de leur jauge de pression. L'absence de singularité dans la courbe de fusion peut-être due, là aussi, au fait que, en équilibre avec le liquide la pureté des cristaux est très grande donc la transition déplacée vers $T=0$ K.

1.3.2.3 Constante diélectrique

Des mesures de la constante diélectrique ont été réalisées par Yin *et al.* [93] entre 250 et 35 mK dans des polycristaux ^4He . Ils ont observé que la dépendance en température de la constante diélectrique était constante jusqu'à 120 mK puis augmentait en dessous de 120 mK. Les auteurs ont attribué cette augmentation de la constante diélectrique à la signature d'une transition supersolide, mais admis plus tard que ces résultats n'étaient pas très reproductibles.

1.3.3 Neutrons

Blackburn *et al.* [94] ont étudié le facteur de Debye-Waller par des expériences de neutrons sur des cristaux ^4He . Ils n'ont mesuré aucune signature de la supersolidité entre 140 mK et 1 K, ni dans le déplacement quadratique moyen des atomes de la structure cristalline ni dans une variation de la maille atomique. En présence de

lacunes dans le cristal on s'attendrait à observer une augmentation des fluctuations de point zéro du cristal or elles n'augmentent pas à la température où la transition supersolide est observée dans les expériences d'oscillateur de torsion. Ceci est conforme à l'idée que l'énergie de création de lacunes est relativement élevée et que leur densité est faible à basse température. Par ailleurs, de très récentes mesures, de Braslau *et al.* [95], de diffraction de rayons X et de la constante diélectrique sur des cristaux ^4He ont montré que la taille de la maille atomique est indépendante de la température jusqu'à 1.2 K.

1.3.4 Résonance Magnétique Nucléaire

La dynamique des impuretés ^3He dans le solide ^4He a été étudiée par des mesures RMN récemment par S. Kim *et al.* [96] pour des concentrations relativement élevée 16 et 24 ppm comparées aux concentrations utilisées dans les expériences d'oscillateur de torsion et d'anomalie élastique. Ils observent un changement de comportement des temps de relaxation spin-réseau T_1 et spin-spin T_2 à environ 200 mK. Avec ce type de concentrations en ^3He , les mesures d'oscillateur de torsion ne permettent pas de définir une température de transition précise, la transition s'étale entre 0.1 et 1 K (cf. Fig. 1.6(b)). En ajustant leurs données par un modèle de piégeage de dislocations ils obtiennent une énergie de piégeage relativement grande $E_b = 1.8$ K. Il y a aussi les mesures de RMN et d'oscillateur de torsion simultanées de Toda *et al.* [97] qui ont montré que la concentration en ^3He n'était pas homogène dans la cellule même au-dessus de la température de séparation de phase ^3He - ^4He . C'est le signe que les ^3He sont piégés sur des sites particuliers, par exemple des dislocations.

1.4 Conclusion

Au moment de la rédaction de ce manuscrit, l'existence d'une transition supersolide n'est pas définitivement établie. Dans certaines expériences d'oscillateur de torsion on observe l'apparition d'une fraction supersolide en dessous de 200 mK dans des polycristaux et en dessous de 100 mK dans des monocristaux. Cependant, la différence de température de transition pourrait s'expliquer par une différence de puretés en ^3He . Les monocristaux étant en équilibre avec le liquide (nous montrerons cela au chapitre 2). La température de transition et l'amplitude de l'effet dépendent de la qualité des échantillons et de leur pureté en ^3He . L'interprétation en terme de fraction supersolide est critiquée par certains théoriciens et par J.D. Reppy. Cependant, aucune observation ne permet vraiment de trancher définitivement sur cette question. L'anomalie élastique qui a la même dépendance en fonction de la concentration en ^3He trouve une interprétation plutôt satisfaisante en terme de piégeage des dislocations. Il reste à comprendre comment relier cette interprétation à l'anomalie de rotation observée dans les oscillateurs de torsion. Les résultats obtenus dans les autres expériences de supersolidité montrent aussi l'importance du désordre cristallin et de la pureté en ^3He des échantillons. Le rôle des dislocations semble de toute évidence très important dans toutes les expériences de supersolidité. En revanche, la possibilité d'une condensation de lacunes de point-zéro semble

peu probable. Tel était, rapidement résumée la situation du problème lorsque mon travail de thèse a commencé.

Chapitre 2

Méthodes expérimentales

Pour la réalisation de nos expériences nous utilisons un cryostat à dilution bénéficiant d'un accès optique nous permettant de maîtriser la croissance des cristaux d'hélium. Nous commençons ce chapitre par une brève explication du fonctionnement de ce cryostat. Nous présentons les méthodes de cryogénie qui nous ont permis d'abaisser la température limite mesurée, de 35 mK à 6.8 mK. Nous décrivons comment nous avons identifié et tenté de faire disparaître une perturbation mécanique qui gênait nos mesures acoustiques et qui provenait du remplissage du "pot 1K", un élément essentiel du cryostat à dilution. Nous présentons brièvement une méthode de cryopompage ayant permis de conserver un vide d'isolement dans notre cryostat pendant plusieurs mois, permettant ainsi d'allonger la durée des expériences. Enfin, les questions de qualité et de pureté cristalline des cristaux d'hélium 4 sont abordées. L'observation des cristaux d'hélium donne accès à des caractéristiques importantes du cristal. Nous montrons dans ce chapitre comment nous mesurons l'orientation des monocristaux qui est nécessaire à l'étude de leurs propriétés élastiques anisotropes. Nous montrons aussi comment contrôler le niveau de désordre cristallin et ainsi obtenir des échantillons de très bonne qualité. La qualité cristalline tout comme le rôle des impuretés ^3He au sein du cristal est au coeur du problème de la supersolidité (voir chapitre 1). Nous montrerons comment obtenir des échantillons de grande pureté ayant des concentrations typiques en ^3He inférieures à 10^{-30} !

2.1 Cryogénie

2.1.1 Cryostat à dilution

Le cryostat à dilution est une machine cryogénique qui permet d'atteindre des températures de l'ordre du milikelvin. Son principe de fonctionnement repose sur les propriétés du mélange ^3He - ^4He liquide, ce mélange isotopique se sépare en deux phases en dessous de 750 mK, une phase riche en ^3He (concentrée) et une phase pauvre en ^3He (diluée). Lorsqu'on suit la courbe d'équilibre de ces deux phases, on observe que la phase diluée a une concentration minimum en ^3He de 6.6 % lorsque la température tend vers 0 K. Cet effet provient de la statistique quantique différente des atomes ^3He (fermions) et ^4He (bosons). Étant donné qu'il existe une concen-

tration minimum en ^3He de la phase diluée en équilibre avec la phase concentrée, en utilisant la séparation de phase pour pomper l'hélium 3 de la phase diluée, on force la démixture de l'hélium 3 depuis la phase concentrée vers la phase diluée. Cette démixture pompe de la chaleur au mélange, la chaleur latente de démixture. La démixture se produit dans la l'unité de dilution qui constitue le point le plus froid du cryostat. La séparation de phase du mélange ^3He - ^4He liquide se produit en dessous de 750 mK. Le mélange doit donc être refroidi avant d'entrer dans la l'unité de dilution. Il est pompé au niveau de l'évaporateur par une pompe "roots" en série avec une pompe primaire et lors de sa circulation, le mélange est refroidi par l'intermédiaire d'échangeurs thermiques. À la température où la démixture a lieu, la puissance frigorifique d'un cryostat à dilution est reliée au débit molaire en ^3He pompé au niveau de l'évaporateur, elle est donnée par :

$$\dot{Q} = 84\dot{n}T^2 \quad (2.1)$$

où \dot{Q} est la puissance frigorifique, \dot{n} est le débit molaire d'hélium 3 et T la température dans l'unité de dilution. On peut augmenter la puissance frigorifique en augmentant le débit molaire, une résistance dite de chauffage placée dans l'évaporateur, permet d'augmenter la température de l'évaporateur et ainsi de pomper plus d'hélium 3. On ne peut cependant pas chauffer indéfiniment l'évaporateur car au delà de ~ 0.9 K la pression de vapeur saturante de l'hélium 4 devient trop élevée et l'hélium 4 circule alors à la place de l'hélium 3. Dans notre cryostat, le débit molaire \dot{n} est compris entre 100 et 300 $\mu\text{mol/s}$ pour les courants typiques utilisés pour chauffer la résistance de chauffage. La puissance frigorifique est donc comprise entre 84 et 252 μW . À basse température la puissance frigorifique est beaucoup plus faible, par exemple, à 20 mK elle est inférieure à 10 μW .

Le cryostat dispose d'étages de températures différentes. Le volume utile (2.5 dm^3) dans lequel sont placées nos cellules expérimentales est situé sous un réservoir d'hélium 4 liquide de 28 l sous une pression de 1 bar donc à 4.2 K. Il est entouré d'une garde d'azote isolée thermiquement de l'extérieur (300 K), permettant de réduire la consommation d'hélium. L'azote liquide (77 K) est transféré quotidiennement et l'hélium liquide 2 fois par semaine, à raison de 25 l environ par transfert, excepté lors du refroidissement initial à 4 K pour lequel 75 l sont consommés, après pré-refroidissement à l'azote. Le réservoir d'hélium 4 liquide alimente le "pot 1K" par l'intermédiaire d'un capillaire contrôlé par une microvanne. Ce pot 1K est un réservoir d'hélium liquide sur lequel on pompe afin d'abaisser sa température à environ 1 K. Le niveau d'hélium liquide dans le pot 1K se mesure grâce à une capacité électrique à l'intérieur de celui-ci. La capacité électrique change avec le niveau parce que la constante diélectrique du liquide est supérieure à la constante diélectrique de la vapeur. Les deux derniers étages de température avant l'unité de dilution sont l'évaporateur (0.7 K) et les échangeurs thermiques (0.05 K). Le volume utile est entouré de 5 enceintes métalliques ancrées aux différents étages de température du cryostat qui constituent des écrans thermiques. Deux enceintes étanches sont délimitées par ces écrans : le vide externe entre 300 K et 4 K, qui isole le réservoir d'azote de l'extérieur et le réservoir d'hélium du réservoir d'azote, et le vide interne, entre 4 K et les étages de température inférieure, qui isole la cellule expérimentale du

"pot 1K" et de l'évaporateur. Ces vides d'environ 10^{-6} mbar protègent la cellule de la conduction thermique. Les écrans thermiques sont percés de 2 séries de fenêtres alignées qui définissent 2 axes optiques perpendiculaires. Le diamètre des ouvertures est 52 mm sur l'écran 300 K, 44 mm sur l'écran à 77 K, 37 mm sur l'écran à 4 K, 30 mm sur l'écran à 1K et 25 mm sur le dernier écran, celui à 50 mK. Les vitres utilisées pour les fenêtres des écrans ont une épaisseur de 5 mm sauf pour le dernier écran à 50 mK qui dispose seulement de deux ouvertures sans vitres. L'étanchéité au niveau de la fenêtre à 300 K est réalisée avec une bride en inox qui serre la fenêtre sur un joint en caoutchouc, pour les écrans à 4 K, la bride en inox serre la fenêtre sur un joint d'indium et pour les autres fenêtres il n'y a pas d'étanchéité.

2.1.2 Thermométrie

Entre 300 K et 4 K, nous utilisons une résistance métallique de platine dont la résistance diminue à mesure que la température baisse. Cette résistance est placée dans le réservoir d'hélium et ne sert que pour le refroidissement initial du cryostat. Pour la mesure de température de nos cellules expérimentales, nous utilisons des matériaux semi-conducteurs dont la résistance électrique augmente lorsque la température diminue (typiquement jusqu'à $100\text{ k}\Omega$ à 15 mK). Généralement un seul thermomètre ne suffit pas à couvrir toute la gamme de température que nous voulons explorer. Nous en utilisons donc plusieurs :

1. Un thermomètre en carbone, le "Speer Carbon Resistor", étalonné dans notre cryostat optique entre 600 mK et 15 mK, grâce à la courbe de fusion de l'hélium 3 solide. Cette résistance est collée dans un boîtier en cuivre par du Stycast[®] 2850-FT.
2. Un thermomètre en germanium GR-200A-100CD-0.3B, vendu et calibré par LakeShore, il couvre la gamme 40 K - 0.2 K
3. Un thermomètre en germanium GR-200A-30-CD-0.05C, vendu et calibré par LakeShore . Il couvre la gamme 6 K - 0.05 K
4. Le thermomètre à base d'Oxyde de Ruthénium RX-102B-CB, vendu et calibré par LakeShore. Il couvre la gamme 40 K- 0.02 K

Ces résistances sont mesurées en 4 fils par un pont alternatif automatique TRMC-2 spécialement conçu par le CRTBT de Grenoble pour mesurer ce type de résistances à très basse température. Le TRMC-2 envoie un courant électrique très faible (typiquement 1 nA) dans une paire de fils et mesure la tension avec la 2^{me} paire de fils, éliminant ainsi l'erreur due à la résistance des fils. L'utilisation d'un faible courant permet aussi de limiter la diffusion de chaleur par effet joule dans la résistance thermométrique. Un courant alternatif à 25 Hz est utilisé rendant la mesure insensible aux effets thermoélectriques (Seebeck, Peltier). La valeur de la résistance mesurée est convertie en température à partir des lois de calibration. Le TRMC-2 s'est avéré plus stable que le précédent pont de mesure utilisé au début de ma thèse, le RV-Elektroniikka Oy modèle AVS-46. Le TRMC-2 assure aussi la régulation de température à l'aide d'un des thermomètres, la valeur de sa résistance est comparée à un point de consigne réglable manuellement ou programmable. L'écart au point de

consigne commande un courant de chauffage par l'intermédiaire d'une rétroaction Différentielle-Intégrale-Proportionnelle (DIP). Ce courant de chauffage alimente un fil de constantan collé au Stycast[®] 2850-FT sur une pièce de thermalisation en cuivre doré. Cette pièce est vissée sur la cellule expérimentale et la résistance du fil à basse température vaut $65\ \Omega$. Un bon réglage des paramètres de la DIP permet d'obtenir une température stable à quelques pour mille près.

Tout ceci constitue donc un bon système de mesure et de régulation de la température mais rien ne nous dit que la température mesurée est effectivement la vraie température, en effet la plupart des thermomètres sont calibrés dans des cryostats sans accès optique, nous allons voir dans la section suivante quels sont les facteurs à prendre en compte pour une bonne détermination de la température dans un cryostat à dilution disposant d'un accès optique.

2.1.3 Obtention de basses températures dans un cryostat optique

La température limite mesurée dans notre cryostat optique à dilution était de 35 mK au début de ma thèse. Nous voulions observer les anomalies élastiques présentes dans l'hélium 4 solide qui dans certains cas, notamment quand la concentration en ^3He est faible, apparaissent typiquement vers 50 mK, l'effet saturant aux alentours de 20 mK. Il nous fallait donc améliorer la mesure de la température dans ce cryostat dont nous savions que les performances étaient suffisantes pour atteindre au moins une température de 15 mK. Cette température de 15 mK avait été atteinte dans notre équipe quelques années auparavant. Elle a été obtenue sans accès optique avec des fenêtres en laiton à la place des fenêtres transparentes au niveau de l'étage à 4 K. Les performances d'un cryostat disposant d'un accès optique sont limitées par sa puissance frigorifique mais aussi par d'autres facteurs :

1. Le chauffage par *rayonnement thermique*, provenant de l'accès optique.
2. La *thermalisation* des connexions électriques des thermomètres, en présence d'un flux de chaleur provenant de l'accès optique.
3. L'intrusion de *radio-fréquences* passant aux travers des fenêtres, pouvant chauffer localement le thermomètre.

2.1.3.1 Rayonnement thermique dans un cryostat optique

Dans notre cryostat optique nous avons utilisé des filtres athermiques KG1 de chez Schott (épaisseur 5 mm), filtrant l'infrarouge afin de limiter le transfert de chaleur provenant du rayonnement thermique à 300 K de l'enveloppe externe du cryostat. Ce rayonnement peut se transmettre à la cellule expérimentale en passant au travers des fenêtres d'observation. Ces filtres infrarouges KG1 étaient utilisés avant mon arrivée pour leur transmission à 95 % dans le vert permettant d'avoir suffisamment de signal laser en sortie de l'accès optique. Ce qui était utile dans les mesures optiques de réflexion de la thèse de Xavier Chavanne [98] portant sur le régime turbulent dans l'hélium liquide ou gazeux.

Nous estimons la puissance émise par le corps noir à 300 K que constitue l'enveloppe externe du cryostat et la puissance reçue par la cellule expérimentale, dans un premier temps en l'absence de filtres puis avec les filtres KG1 mentionnés précédemment. La source vue par la cellule expérimentale est une fenêtre de 52 mm de diamètre située à une distance $L=110$ mm. Le flux de chaleur frappe la cellule sur un disque apparent de diamètre 25 mm correspondant au diamètre de la fenêtre de l'écran le plus proche de la cellule expérimentale. Supposons que cette fenêtre émette comme un corps noir, la puissance totale émise en Watt par m^2 par ce corps noir est donnée par la loi de Stefan-Boltzmann :

$$P_e = \sigma T^4 \quad (2.2)$$

où $\sigma=5.67 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ est la constante de Stefan-Boltzmann et $T=300$ K la température du corps noir. La puissance reçue par la cellule en absence de filtre est :

$$P_r = \frac{P_e A_{\text{fenêtre}} A_{\text{cellule}}}{4\pi L^2} \quad (2.3)$$

avec $A_{\text{fenêtre}}=84.9 \text{ cm}^2$ l'aire de la source lumineuse et $A_{\text{cellule}}= 19.6 \text{ cm}^2$ l'aire de la section du faisceau parvenant jusqu'à la cellule expérimentale. Après application numérique, on obtient :

$$P_r \simeq 3.1 \text{ mW} \quad (2.4)$$

Cette puissance reçue ne nous permettrait pas d'atteindre de très basses températures, à titre de comparaison la puissance frigorifique dont on dispose à 100 mK est de l'ordre de 0.1 mW, soit plus d'un ordre de grandeur plus faible que la puissance reçue sans les filtres. C'est pour cette raison que nous utilisons des filtres, filtrant l'infrarouge. Nous avons utilisé dans un premier temps les filtres KG1 utilisés par Xavier Chavanne, puis ensuite de meilleurs filtres, les filtres KG5. Les courbes de transmission des filtres KG1, 2, 3, 4 et 5 de chez Schott sont présentées Fig. 2.1 et Fig. 2.2.

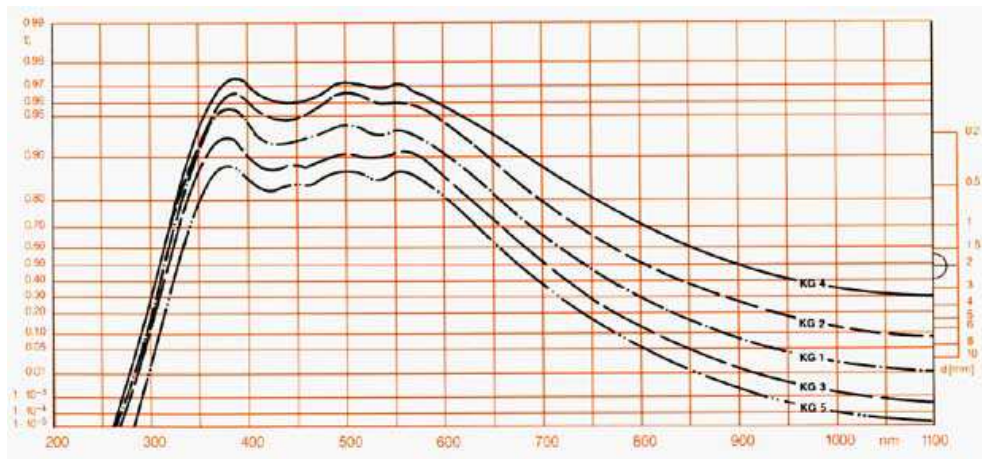


FIGURE 2.1 – Transmission des filtres KG de chez Schott entre 200 et 1100 nm.

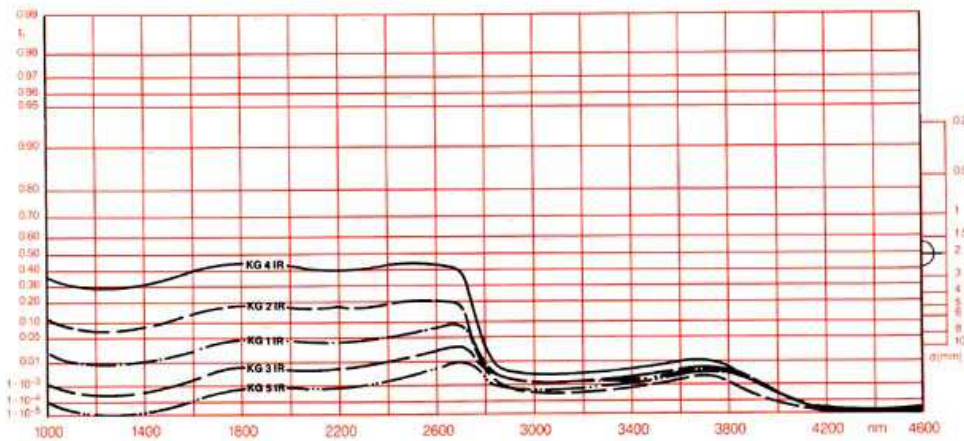


FIGURE 2.2 – Transmission des filtres KG de chez Schott entre 1100 et 4600 nm.

À partir de ces courbes, on calcule la puissance reçue par la cellule en présence des filtres KG1 placés aux étages 77 K, 4 K et 1 K. L'émittance énergétique spectrale $E(\lambda, T)$ en $\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$ est donnée par la loi de Planck :

$$E(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda k_B T}} - 1} \quad (2.5)$$

où λ est la longueur d'onde, h la constante de Planck, c la vitesse de la lumière et k_B la constante de Boltzmann. La puissance transmise P_{tr} à travers un filtre KG1 de transmission $t(\lambda)$ est :

$$P_{tr} = \int_0^\infty E(\lambda, T) t(\lambda) d\lambda \quad (2.6)$$

Le rayonnement de longueur d'onde inférieure à $1 \mu\text{m}$ donne une contribution négligeable, on se concentre donc sur le rayonnement de plus grande longueur d'onde. Sur le graphique Fig. 2.2 on observe que la transmission est :

- inférieure à 10% entre 1 et $2.8 \mu\text{m}$;
- inférieure à 1% entre 2.8 et $4.0 \mu\text{m}$;
- inférieure à 0.1% entre 4.0 et $4.8 \mu\text{m}$;

On peut calculer une borne supérieure pour la puissance transmise au travers d'un filtre KG1 en considérant que la transmission est une fonction porte entre les différents intervalles définis précédemment. En utilisant le changement de variable $x = \frac{hc}{\lambda k_B T}$, on obtient par exemple pour l'intervalle $[1 ; 2.8 \mu\text{m}]$:

$$P_{tr} = \frac{2\pi(k_B T)^4}{h^3 c^2} \int_{17.15}^{48.01} \frac{x^3}{e^x - 1} dx \times 0.10 \quad (2.7)$$

Avec les trois filtres en série et toujours pour cet intervalle, on aura :

$$P_{tr} = \frac{2\pi(k_B T)^4}{h^3 c^2} \int_{17.15}^{48.01} \frac{x^3}{e^x - 1} dx \times (0.10)^3 \quad (2.8)$$

Après application numérique, sachant que la source vue par la cellule expérimentale est une fenêtre de 52 mm de diamètre située à une distance de 110 mm. On trouve que la puissance reçue par la cellule expérimentale avec les filtres est finalement :

$$P_r = 2.1 \text{ nW} \quad (2.9)$$

La puissance reçue par la cellule expérimentale en présence de filtres (2.1 nW) est six ordres de grandeur plus petite que la puissance reçue sans les filtres (9.3 mW), ce qui montre que les filtres infrarouges sont nécessaires pour le fonctionnement d'un cryostat optique. Ce calcul montre aussi que la puissance reçue par la cellule (2.1 nW) en présence de filtres KG1 est négligeable devant la puissance frigorifique du cryostat qui est de quelques microwatts à 20 mK. Le rayonnement thermique traversant les filtres infrarouges KG1 ne peut pas expliquer une température limite de notre cryostat de 35 mK au lieu de 15 mK. Cependant si le flux de chaleur entrant chauffe localement le thermomètre et que ce dernier est mal thermalisé sur la cellule alors il peut indiquer une température plus élevée que celle de la cellule. Nous avons donc reconsidéré la thermalisation de nos thermomètres.

2.1.3.2 Thermalisation des fils de connexions

Afin d'obtenir des mesures correctes à basse température, un soin tout particulier doit être apporté à la thermalisation des fils d'amenée du courant pour la mesure des résistances. Les fils utilisés pour la mesure de température sont des câbles coaxiaux à l'extérieur du cryostat et des câbles supraconducteurs à l'intérieur. La conductivité thermique des câbles supraconducteurs étant très faible en phase supraconductrice, l'apport de chaleur par conduction le long des connexions électriques est nettement diminué. Ces câbles sont aussi thermalisés aux différents étages en température (4 K, 1 K et 50 mK) pour limiter l'apport de chaleur sur le thermomètre. Les fils de connexion sont aussi thermalisés sur le thermomètre lui-même mais ceci n'était apparemment pas suffisant pour lire une température inférieure à 35 mK. Nous avons ajouté un ancrage thermique supplémentaire pour ces fils d'amenée, posée directement sur la cellule expérimentale à proximité du thermomètre en carbone. Cet ancrage thermique est constitué d'une paire de fils de cuivre (diamètre 2/10 mm) enroulé en spires jointives 12 tours autour d'un manchon en cuivre (diamètre 6 mm) réalisé à l'atelier de mécanique. Ce bobinage est d'abord collé au vernis GE Varnish[®] 7031, le vernis maintient physiquement le fil sur le manchon et augmente la surface de contact entre le fil et le manchon. Ensuite, on colle le tout avec du Stycast[®] 2850-FT pour un meilleur maintien lors des cycles en température. La partie inférieure du manchon en contact avec la cellule expérimentale est dorée par électrolyse de cyanure d'Or pour éviter l'oxydation du cuivre. En effet la résistivité thermique est proportionnelle à la résistivité électrique qui diminue entre les parties en contact si la surface du cuivre est oxydée.

Afin de protéger le thermomètre du rayonnement thermique, nous avons aussi réalisé un petit capot en feuille de cuivre apposé autour du thermomètre. La thermalisation du thermomètre "Speer Carbon Resistor" par ces propres fils d'amenée et l'ajout de ce capot protecteur, ont permis d'obtenir une température limite mesurée

de 20.6 mK au lieu de 35 mK. La température lue de 35 mK était manifestement plus haute que la véritable température de la cellule. Cet écart de température est relativement important et montre qu'à basse température, l'essentiel de la thermalisation des thermomètres se fait par l'intermédiaire de leurs propres fils d'amenée. Par ailleurs, après avoir atteint cette température limite de 20.6 mK, nous avons utilisés des filtres infrarouge KG5 plus performant que les filtres KG1 pour l'étage à 4 K et des filtres infrarouges BG39 de chez Schott pour l'étage à 1 K. Nous avons noté une amélioration dans la mesure de la température limite, nous sommes passé de 20.6 mK à 18.8 mK. Ces températures sont comparables, cependant, cela montre que le rayonnement thermique n'était peut-être pas complètement négligeable comme mentionné dans la section précédente.

2.1.3.3 Radio-fréquences et mesures de basses températures

Le blindage des connexions électriques est important pour la stabilité et la reproductibilité des mesures. Afin d'obtenir des mesures correctes à basse température, un soin tout particulier doit être apporté à l'élimination des boucles de masse. Cependant il n'existe pas de solution miracle et systématique pour ce type de problème, chaque instrument de mesure ayant son propre système de mise à la masse. De manière générale nous essayons de brancher toutes les masses à un seul endroit sur le dessus du cryostat. Les câbles coaxiaux passent dans des gaines métalliques et vont se brancher sur des boîtiers blindés situés sur le dessus du cryostat. Les connexions descendent dans le cryostat qui constitue habituellement une cage de Faraday. Dans notre cryostat optique la partie inférieure possède des fenêtres d'observation et les radio-fréquences peuvent traverser ces fenêtres. Les câbles de connexion électrique qui permettent la mesure des thermomètres ne sont pas parfaitement blindés, par exemple, aux endroits où sont réalisés les ancrages thermiques. Les parties non blindées agissent comme des antennes et captent tous les signaux radio-fréquences environnants : ordinateurs, écrans, appareils de mesure, radios, téléphones portables, postes à souder, et autres sources. Ces radio-fréquences perturbent la mesure en introduisant du bruit mais peuvent également chauffer localement les thermomètres qui donneront une température plus haute que la véritable température de la cellule expérimentale. Pour remédier à ce problème nous avons introduit des filtres π , ce sont des filtres passe-bas coupant les radio-fréquences (voir schéma Fig 2.3).

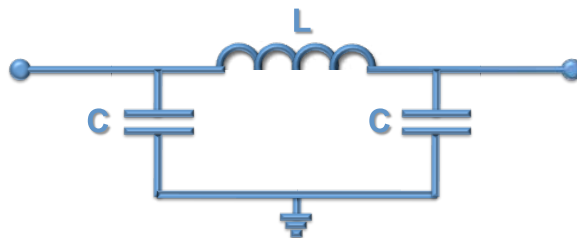


FIGURE 2.3 – Schéma d'un filtre π .

La fonction du filtre se comprend facilement. L'impédance d'une bobine étant $Z_L = jL\omega$ et celle d'une capacité $Z_C = \frac{1}{jC\omega}$, les hautes fréquences sont arrêtées par

la bobine et fuient vers la masse au travers des capacités. La capacité électrique totale du filtre est égale à $2C$. Les premiers filtres utilisés, les Tusonix de chez Farnell avaient une capacité de 5500 pF à température ambiante mais seulement de 70 pF à 4 K, la capacité chute d'un facteur 80 à basse température. Ils ne permettent pas de filtrer convenablement les hautes-fréquences à basse température. Les filtres utilisés par la suite, les filtres Spectrum Control-1293-001 achetés chez Newark ont été conseillés par Zhigang Cheng, membre du groupe de Moses Chan à Penn State University. Ce sont également des filtres π mais dont la capacité varie peu avec la température. La capacité électrique passe de 84 nF à 6 nF quand la température passe de 300 à 4 K, soit une chute d'un facteur 14 au lieu de 80 avec les précédents filtres. On peut comparer l'efficacité de ces 2 types de filtres π en donnant l'ordre de grandeur des fréquences filtrées. Les radio-fréquences sont filtrées lorsque l'impédance de la capacité électrique Z_C devient négligeable devant l'impédance du thermomètre Z_{th} de l'ordre de 10 k Ω à basse température.

$$Z_C \ll Z_{th} \quad (2.10)$$

$$\frac{1}{2\pi C\nu} \ll 10^4 \quad (2.11)$$

On trouve que les fréquences filtrées ν_f par les filtres π Tusonix de chez Farnell à basse température ($C=70$ pF) sont :

$$\nu_f \gg 250\text{kHz} \quad (2.12)$$

et que les fréquences filtrées ν_f par les filtres π Spectrum-Control de chez Newark à basse température ($C=6$ pF) sont :

$$\nu_f \gg 2.5\text{kHz} \quad (2.13)$$

On comprend que les filtres π Spectrum-Control de chez Newark seront plus performant à basse température que les filtres π Tusonix de chez Farnell.

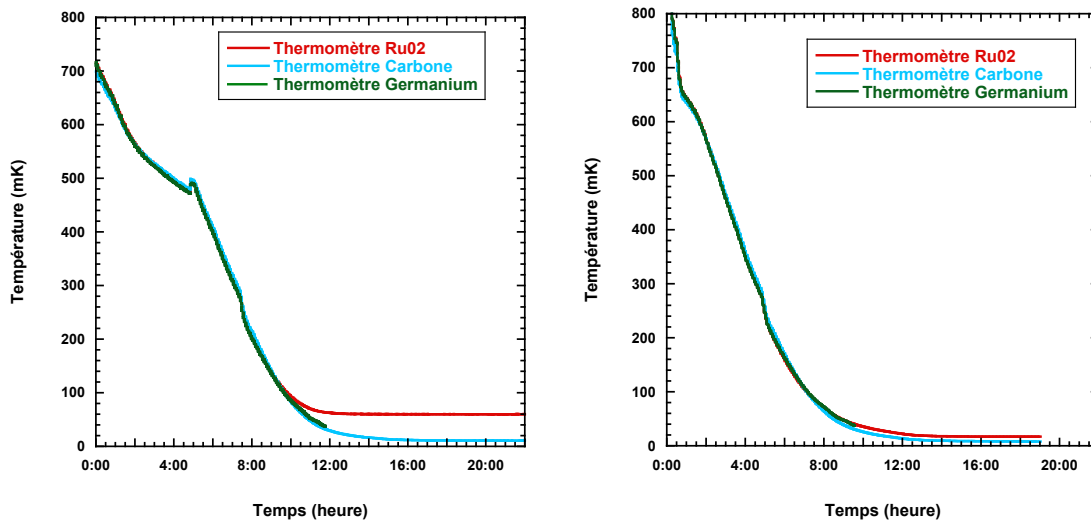
Vérifions que l'ajout de ces filtres ne modifie pas la valeur de la résistance lue par le pont de mesure. Dans notre cas, on peut considérer le filtre π comme étant principalement une capacité en parallèle de la résistance que l'on mesure. Le pont de mesure génère un courant alternatif à 25 Hz et avec cette capacité en parallèle, l'impédance équivalente est :

$$Z_{eq} = \frac{1}{\sqrt{1/R^2 + (C\omega)^2}} \quad (2.14)$$

Dans le cas du thermomètre au carbone, la résistance R est de l'ordre de 10 k Ω à basse température. Si on prends la capacité des filtres Newark $C=6$ nF, on trouve $(C\omega)^2 \simeq 10^{-14} \Omega^{-2}$, ce qui est complètement négligeable devant $\frac{1}{R^2} \simeq 10^{-8} \Omega^{-2}$. L'impédance équivalente $Z_{eq} \simeq R$ à 10 m Ω près. On en déduit que la présence du filtre ne modifie pas de manière notable la valeur de la résistance mesurée par le pont.

On présente Fig 2.4 l'évolution temporelle de la température mesurée par les 3 thermomètres lors de deux mises à froid du cryostat lorsque l'accès optique est

bloqué par des fenêtres en laiton sur l'étage à 4 K. Une mise à froid avec les filtres Tusonix et lorsque les fils de connexion du thermomètre RuO_2 sont mal thermalisés et une mise à froid avec les filtres Spectrum-Control et une bonne thermalisation des fils de connexion du thermomètre RuO_2 .



(a) Filtes Tusonix et mauvaise thermalisation des fils connexion de RuO_2 .

(b) Filtes Spectrum Control et bonne thermalisation des fils de connexion de RuO_2 .

FIGURE 2.4 – Evolution temporelle des thermomètres pour deux mises à froid du cryostat, l'accès optique est bloqué par des fenêtres en laiton sur l'étage à 4 K.

La présence des fenêtres en laiton empêche les radio-fréquences et le rayonnement thermique de pénétrer par l'accès optique et de réchauffer les thermomètres. On observe Fig 2.4(a) que la température du thermomètre à l'Oxyde de Ruthénium (RuO_2) sature à 60 mK, lorsque ses fils de connexion ne sont pas bien thermalisés. Nous avons ensuite bien thermalisé les fils de connexion de RuO_2 sur un ancrage thermique similaire à celui du thermomètre au carbone et on observe Fig 2.4(b) une température limite mesurée par RuO_2 de 17 mK au lieu de 60 mK. Ces courbes mettent en évidence l'importance d'une bonne thermalisation des connexions électriques des thermomètres. Est présenté Fig. 2.5, un agrandissement de l'évolution temporelle du thermomètre carbone en dessous de 50 mK lors de ces deux mêmes mises à froid.

On observe Fig. 2.5 que le thermomètre en carbone, en présence des filtres Newark Spectrum Control-1293-001 sature à plus basse température (~ 8 mK) qu'avec les filtres Farnell Tusonix Pi section 5500 pF (~ 11 mK). Ce qui montre que les filtres Newark Spectrum Control-1293-001 filtrent mieux les radio fréquences et que même si l'accès optique est bloqué par des fenêtres en laiton, il peut toujours passer des radio-fréquences. L'ajout de ces filtres a constitué un pas important dans notre démarche de déterminer une bonne valeur de la température limite du cryostat puisqu'il nous a permis de mesurer une température limite plus basse qu'auparavant. Ces valeurs limites de température présentées sont proches des valeurs limites que l'on obtient lorsqu'on optimise le courant de chauffage dans l'évaporateur. Par

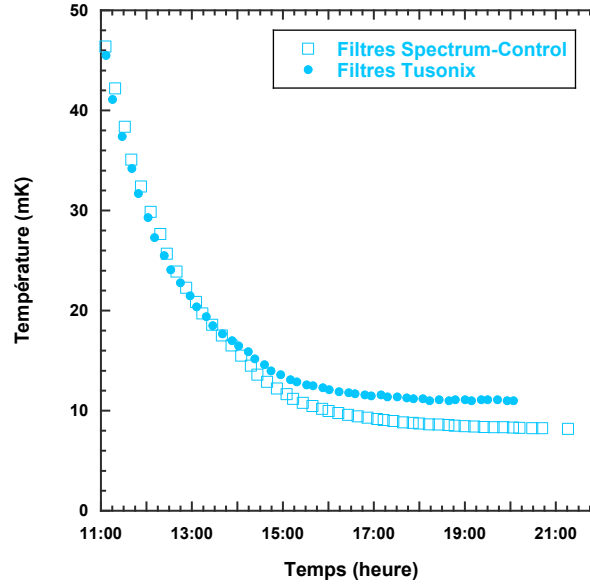


FIGURE 2.5 – Evolutions temporelles du thermomètre carbone avec deux marques de filtres RF différentes.

exemple, en optimisant le courant de chauffage, on obtient avec les fenêtre en laiton sur l'écran 4K, une température limite de 9.6 mK au lieu de 11 mK avec les filtres Tusonix et une température limite de 6.8 mK au lieu de 8 mK avec les filtres Spectrum-Control. Nous résumons ici, les températures limites mesurées de 35 à 6.8 mK par le thermomètre en carbone dans les différents cas présentés précédemment, en ayant optimisé le courant de chauffage.

35 mK : la température limite de notre cryostat optique équipé de filtres optiques KG1.

20.6 mK : les fils de connexion de notre thermomètre "Speer Carbon Resistor" sont mieux thermalisés et le thermomètre est protégé du rayonnement thermique par un petit capot en cuivre.

18.8 mK : on installe des filtres infrarouges plus performant (filtres KG5 sur l'étage à 4 K et filtres BG39 sur l'étage à 1 K).

15.8 mK : on installe des filtres radio-fréquences (Tusonix Pi section 5500 pF de chez Farnell) pour les fils de connexions des thermomètres.

9.6 mK : on remplace les fenêtres de l'étage à 4 K par des fenêtres en laiton et on utilise toujours les filtres Tusonix.

6.8 mK : c'est le record de température de ce cryostat optique, les fenêtres en laiton sont installées et on a remplacé les filtres radio-fréquences par des filtres radio-fréquences plus performant (Spectrum Control-1293-001 de chez Newark).

En conclusion, nous avons fait des progrès dans la compréhension des facteurs intervenant dans la thermométrie à basse température. Nous avons compris qu'un soin particulier doit être apporté à la thermalisation des thermomètres et au filtrage des radio-fréquences pour la mesure de basses températures. Par ailleurs, obtenant

une valeur plus basse de la température limite (6.8 mK) que celle obtenue lors de la calibration (15 mK) et supposant que les performances frigorifiques du cryostat n'ont pas changées depuis cette époque, il est indispensable de refaire une calibration de nos thermomètres si nous voulons une mesure précise de la température. On peut par exemple utiliser la courbe de fusion de l'hélium 3 comme cela à déjà été fait dans notre équipe. Cette mesure est en cours dans notre équipe au moment de la rédaction de ce manuscrit.

2.1.4 Vibrations mécaniques dues au remplissage du pot 1K

Le pot 1K est un élément essentiel de notre cryostat à dilution, il permet la condensation du mélange ^3He - ^4He avant son entrée dans l'unité de dilution. Le pot 1K est un petit réservoir d'hélium sur lequel on pompe pour en abaisser sa température. Le remplissage du pot se fait à partir du bain d'hélium 4 par l'intermédiaire d'un capillaire contrôlé par une microvanne. La microvanne permet de monter et descendre une longue tige qui passe dans le vase à hélium. Au bout de cette tige, une petite pointe vient contrôler le débit dans le capillaire de remplissage du pot 1K. Notre microvanne n'est cependant pas assez précise pour trouver un régime stationnaire pour le remplissage du pot 1K. Le niveau d'hélium dans le vase change au cours du temps et donc les contraintes thermiques sur la tige varient elles aussi. À ceci se rajoute une petite hysteresis entre l'ouverture et la fermeture de la microvanne. Nous utilisons donc la microvanne en fonctionnement "tout ou rien", c'est-à-dire complètement ouverte ou complètement fermée, ce qui rend la régulation du niveau difficile. Par ailleurs, lors de nos mesures acoustiques, nous avons constaté que le pot 1K était une source de bruit mécanique. Les transducteurs piézoélectriques installés dans notre cellule acoustique sont très sensibles et ont permis de mesurer ce bruit en fonction du remplissage du pot 1K. Nous avons observé que le bruit mécanique était plus intense lorsque le pot 1K était en phase de remplissage de sa moitié supérieure. Nous avons également observé qu'il disparaissait lorsque le pot se vidait. Pour réguler convenablement le niveau d'hélium dans le pot 1K, nous avons mis au point un système d'auto-régulation motorisé. Considérant le manque d'espace sur la plaque supérieure du cryostat il fallait penser tout d'abord à un système de fixation adéquat pour que le moteur tienne en place (voir Fig 2.6). Il a fallu aussi choisir un moteur avec une vitesse de rotation très lente et un couple fort pour pouvoir tourner la microvanne. Nous avons installé un moteur 12 V à 5 tr/min de chez "Crouzet". Nous remercions Philippe Jacquier et Jacques Dupont-Roc du Laboratoire Kastler Brossel qui utilisaient ce type de régulation motorisée et qui nous ont donné de judicieux conseils pour réaliser la notre.

La capacité dans le pot 1K nous donne la hauteur du niveau d'hélium, elle est mesurée avec un pont de mesure Andeen-Hagerling 2700A et l'action du moteur est contrôlée par une carte d'acquisition branchée à un amplificateur de courant réalisé par C. Hermann ingénieur électronique au laboratoire. Le système de régulation est numérique et se contrôle par l'intermédiaire d'un programme LabView. Ce système nous a permis de réguler à distance la microvanne s'en avoir à toucher le cryostat, ce qui dans les mesures faites avec l'oscillateur de torsion était important, ce dernier

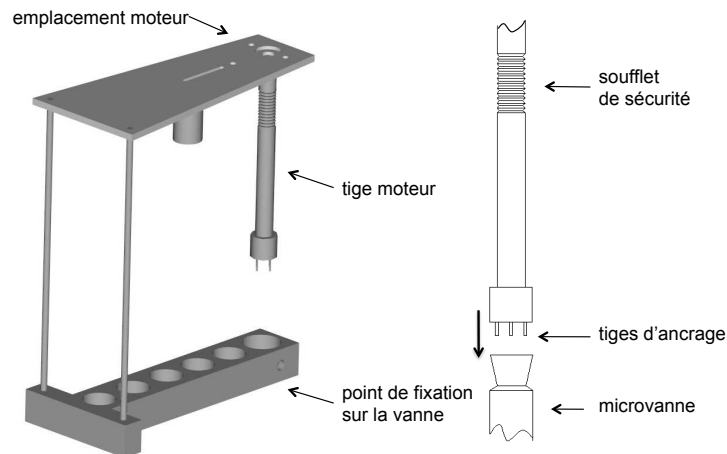


FIGURE 2.6 – Schémas du support moteur de la microvanne.

étant très sensible aux perturbations extérieures. Nous avons pu également maintenir un niveau de remplissage dans le pot 1K suffisamment bas pour limiter le bruit mécanique.

Les discussions avec Alain Benoit, chercheur à l'institut Néel, nous ont permis de comprendre l'origine de ce bruit mécanique. Si l'hélium provenant du réservoir à 4 K n'a pas le temps de se thermaliser avant d'entrer dans le pot 1K alors il peut se former un mélange diphasique de gaz et de liquide dans le capillaire de remplissage lequel génère des vibrations mécaniques dans le pot 1K. L'apparition de bulles de gaz dans le capillaire de remplissage provient de la dépression occasionnée par la perte de charge le long du capillaire. Cet effet a été observé par d'autres groupes [99, 100, 101] et la solution évoquée dans ces travaux a été de thermaliser le capillaire de remplissage sur le pot 1K lui même de façon à ce que l'hélium soit dans l'état superfluide avant d'entrer dans le pot 1K. Nous avons thermalisé le capillaire de remplissage et ajouté une impédance hydrodynamique pour freiner le flux d'hélium. L'impédance est un morceau de capillaire en CuNi de plus petit diamètre (0.5 mm au lieu de 0.75 mm) que celui du capillaire de remplissage (voir photographie Fig.2.7).

Après cette amélioration portée au cryostat, nous n'avons pas pu tester dans les mêmes conditions les effets de cette thermalisation du capillaire de remplissage puisque nous sommes passés à l'expérience de l'oscillateur de torsion qui ne nous permet pas de mesurer directement les petites vibrations du pot 1K. Cependant lors de forts taux de remplissage du pot 1K, nous avons pu observer du bruit anormalement élevé dans la mesure de la période de résonance de l'oscillateur de torsion. Ceci indique que la thermalisation du capillaire de remplissage sur l'étage du pot 1K n'a pas été suffisante. Nous avons prévu dans les expériences à venir d'améliorer encore la thermalisation de ce capillaire de remplissage en mettant des impédances plus grandes enroulées autour de plots en cuivre fixés à la plaque du pot 1K.

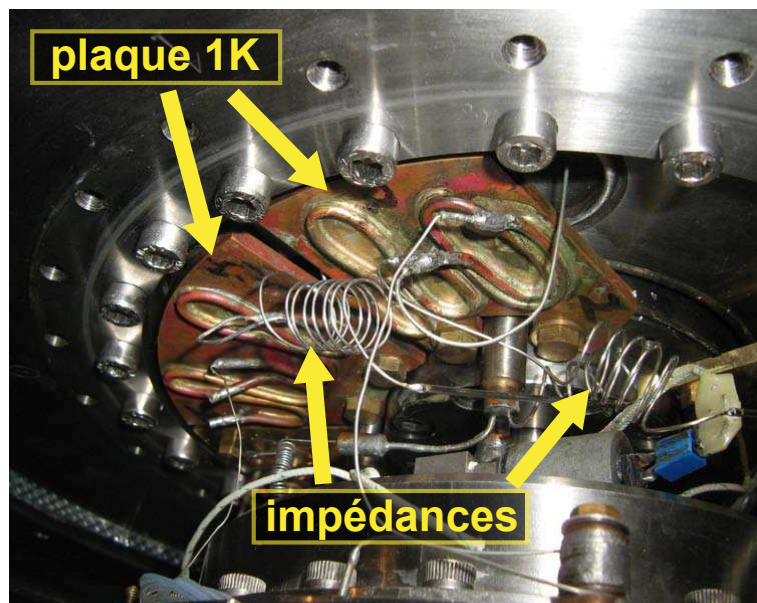
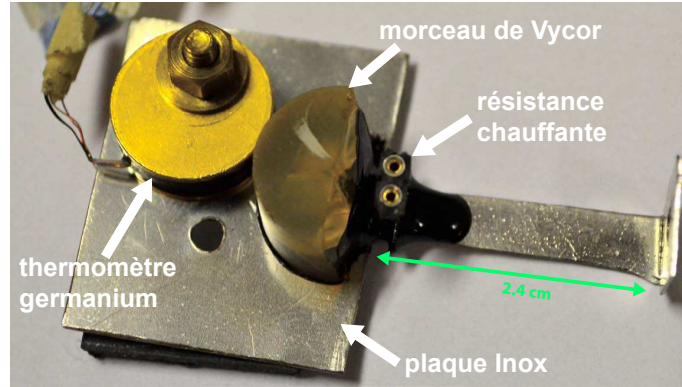


FIGURE 2.7 – Photographie des impédances permettant la thermalisation du capillaire de remplissage sur la plaque du pot 1K.

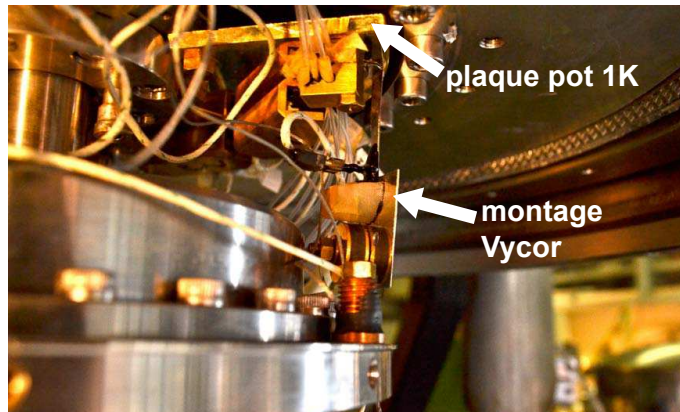
2.1.5 Cryopompage du vide interne : Vycor

Après plusieurs mois de travail sur l'expérience de l'oscillateur de torsion, le niveau de vide du vide interne s'était détérioré. Ceci pouvait venir d'une ou plusieurs petites fuites d'hélium qui au bout d'un temps suffisamment long n'étaient plus négligeables. Ces fuites d'où qu'elles viennent ne sont pas dramatiques pour les pertes d'hélium qu'elles occasionnent, qui sont minimales. Le problème est plutôt que si une couche d'hélium se dépose sur les parois externes de notre oscillateur de torsion, elle peut altérer la mesure de la période de résonance de celui-ci. Pour remédier à ce problème, sur les conseils de Moses Chan, nous avons installé un morceau de Vycor dans le vide interne pour adsorber les atomes d'hélium. Le Vycor est un verre poreux composé à 96 % de Silice, les pores du Vycor que nous avons utilisé sont très petits, en moyenne 40 Å, ils lui confèrent donc une très grande surface interne, environ 250 m² par gramme. Par ailleurs, l'énergie de liaison d'un atome d'hélium sur la surface du Vycor est 20 K, une forte énergie de liaison compte tenu qu'il est fixé sur le pot 1K.

Une résistance chauffante ainsi qu'un thermomètre sont collés au Stycast[®] 2850-FT sur le morceau de Vycor de telle sorte que l'on puisse le dégazer à certains moments en le chauffant à plus de 50 K. Le tout est collé au Stycast[®] 2850-FT sur une plaque en inox fixée sur le pot 1K (voir photographies du montage Fig. 2.8(a)). Nous avons choisi l'inox pour sa faible conductivité thermique à basse température ce qui permet de ne pas injecter trop de puissance sur la résistance chauffante. Avec les dimensions 0.5 x 2.4 cm de la lame inox d'épaisseur 0.2 cm qui relie la source froide (pot 1K) au morceau de Vycor situé sur la plaque en inox, on a calculé qu'il suffisait d'injecter moins de 20 mW de puissance sur la résistance chauffante pour monter la température du Vycor à 50 K. L'ordre de grandeur de la puissance frigorifique du



(a)



(b)

FIGURE 2.8 – (a) Montage du morceau de Vycor sur la plaque en inox et (b) Le montage fixé sur la plaque du pot 1K.

pot 1K est la dizaine de milliwatt. Ainsi, on peut espérer chauffer et donc dégazer le Vycor sans tout réchauffer et en gardant le pot 1K froid. Ce dispositif nous a permis de conserver un bon vide ($\sim 10^{-6}$) pendant au moins 4 mois.

2.2 Croissance des cristaux d'hélium 4

Dans le chapitre 1, nous avons montré l'importance du désordre cristallin dans la compréhension des différentes anomalies présentes dans l'hélium 4 solide. Nous montrons ici, quels types de cristaux nous sommes capables de réaliser avec notre cryostat optique. Nous montrons les monocristaux de très bonne qualité ayant une très faible densité de dislocations. Nous montrons les types de traitement que nous pouvons appliquer à ces cristaux pour en changer la qualité. Nous montrons brièvement les polycristaux que nous sommes aussi capables de réaliser et la technique pour observer leurs joints de grains. Finalement nous traitons la question de la pureté en détaillant la méthode pour réaliser des monocristaux de très bonne qualité ayant une très faible concentration en impuretés ^3He .

2.2.1 Dispositif expérimental

Nous réalisons nos cristaux en injectant de l'hélium 4 dans nos cellules expérimentales à l'aide de bouteilles pressurisées situées à l'extérieur du cryostat. On a réalisé un circuit pouvant résister aux hautes pressions (environ 100 bar au maximum). Il est composé de tuyaux (diamètre intérieur 2 mm, diamètre extérieur 4 mm) en cuivre recuit pour les parties courbées et de tuyaux en inox pour les jonctions droites (4 - 6 mm). Les capillaires sont fixés les uns aux autres par des joints Sagana. Un jeu de vannes, de jauges de pression et de débitmètres nous permet de contrôler le flux d'hélium entrant dans la cellule. Nous avons utilisé 2 types d'hélium gazeux : une bouteille de pureté en ^3He dite naturelle, c'est-à-dire 300 ppb (300 atomes ^3He pour 1 milliard d'atomes ^4He), achetée chez Air Liquide et une autre bouteille de très grande pureté, 0.4 ppb acheté à l'US bureau of mines. La pureté de cette bouteille a été analysée par une mesure de spectrométrie de masse au CEA. Un piège à azote est placé dans la ligne de remplissage cellule, il sert à adsorber les impuretés résiduelles (eau, hydrogène, etc) qui pourraient se solidifier à basse température et bloquer le capillaire de remplissage de la cellule. À l'intérieur du cryostat, le capillaire de remplissage de la cellule, plus fin, est en CuNi recuit. Ce capillaire est thermalisé en plusieurs endroits afin de limiter l'apport de chaleur vers la cellule expérimentale, proche de la cellule son diamètre intérieur est de 0.1 mm et son diamètre extérieur de 0.3 mm. Des filtres ont été placés dans le capillaire afin d'adsorber les éventuelles traces d'impuretés restantes. En effet, à pression atmosphérique et à une température inférieure à 4 K, le seul élément naturel présent sous forme liquide est l'hélium. Toutes les impuretés se retrouvent piégées soit sur les filtres, soit sur les parois du capillaire et de la cellule. La pureté du liquide ^4He est donc excellente et la seule impureté encore présente en solution est l'isotope ^3He . La pureté en ^3He des cristaux ^4He est étudié à la section 2.3

L'observation des cristaux d'hélium est réalisée avec une caméra CCD (Charge-Coupled Device) alignée dans le faisceau parallèle de lumière blanche réalisé par une source lumineuse en série avec un diaphragme circulaire et une lentille convergente. Au début de ma thèse, cette source lumineuse était réalisée par une ampoule halogène et une fibre optique. Ce dispositif un peu encombrant a été remplacé par une diode de puissance électroluminescente de 1 W fixée sur un porte diode métallique permettant de dissiper la chaleur. Cette diode est alimentée par une alimentation délivrant une tension de 3 V en série avec un potentiomètre nous permettant de changer facilement l'intensité lumineuse.

2.2.2 Croissance et qualité cristalline des monocristaux

2.2.2.1 Nucléation des monocristaux

La transition de phase liquide-solide est du premier ordre. Il peut donc y avoir coexistence des phases liquides et solides et il existe une énergie de barrière associée à la nucléation d'un cristal à partir du liquide. Une petite surpression de quelques mbars est généralement suffisante pour passer cette énergie de barrière. Les cristaux d'hélium apparaissent typiquement sur des défauts locaux présents dans la cellule ou

dans le capillaire de remplissage, car les défauts diminuent l'énergie de barrière. Les cristaux tombent ensuite dans le fond de la cellule dès que leur taille est suffisante pour ressentir davantage les effets de la gravité que les effets de capillarité. Ceci survient lorsque leur taille typique dépasse la longueur capillaire qui est de l'ordre de 1 mm. On observe souvent après la fonte d'un cristal par dépressurisation, l'apparition d'un deuxième cristal de même orientation que le précédent. On attribue cet effet à l'existence de germes sur la paroi, ces germes ne disparaissent pas même pour une pression légèrement inférieure à la pression de fusion. Il faut diminuer la pression davantage ou chauffer la cellule pour les faire disparaître. Il est aussi possible d'utiliser le phénomène d'électrostriction pour faire germer un cristal à un endroit précis de la cellule, une méthode de nucléation inventée à Moscou en 1979 par Keshishev *et al.* [102]. Nous avons étudié différentes orientations cristallines en répétant la procédure de nucléation et en obtenant une distribution aléatoire d'orientations. Sur la figure suivante, la ligne rouge représente un chemin dans le diagramme de phase (P,T) de l'hélium 4, qui permet de réaliser un monocristal à basse température.

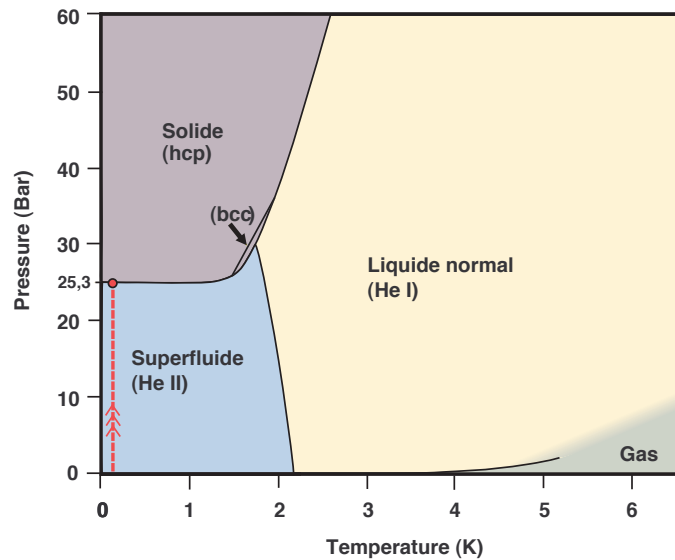


FIGURE 2.9 – La ligne rouge représente le chemin suivi dans le diagramme de phase (P,T) de l'hélium 4 pour la croissance d'un monocristal à basse température.

Lorsque le liquide hélium est dans la phase superfluide (He II), le transport de masse et de chaleur est très facile et donc la température et le potentiel chimique s'homogénéisent rapidement dans le liquide. En suivant le chemin indiqué Fig. 2.9, un monocristal nucléé au moment où le système atteint la courbe de fusion (ici à ~ 25.3 bar). On pourra consulter la revue de S. Balibar [103] traitant de la nucléation dans les liquides quantiques. La croissance multiple de cristaux est rare dans le superfluide car la température et le potentiel chimique sont homogènes. En appliquant un débit de matière depuis la bouteille d'hélium vers la cellule, on fait croître le monocristal. Généralement, si plusieurs cristaux étaient déjà présents dans la cellule alors l'un des cristaux va croître au profit des autres.

2.2.2.2 Orientation cristalline

Le cristal d'hélium 4 présente une transition de phase de sa surface appelée transition rugueuse. La transition rugueuse est la transition de phase entre un état lisse et un état rugueux d'une surface. En dessous de la température de transition rugueuse, les facettes du cristal sont visibles. L'existence de ces facettes nous permet de mesurer l'orientation des cristaux d'hélium 4. En dessous de 1K, les facettes **a** et **c** sont visibles. Le nom donné à ces facettes est défini par les directions cristallographiques de la structure hexagonale compacte du cristal d'hélium 4 (voir schéma 2.10). Les facettes **c** sont définies par les plans perpendiculaires à l'axe **c** de la maille hexagonale compacte et les facettes **a** sont les 6 autres facettes latérales de la maille hexagonale compacte.

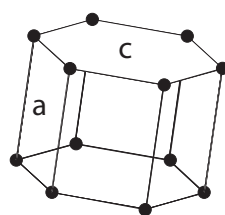


FIGURE 2.10 – Principales facettes du cristal hélium 4, la facette **c** correspond à la facette du plan de base de la maille hexagonale compacte, les facettes **a** sont latérales.

À l'équilibre liquide-solide, les facettes sont difficiles à voir. En revanche, étant donné que les facettes sont lisses et les coins rugueux, le processus de croissance se fait plus lentement sur les facettes que sur les coins. Ainsi les facettes seront plus grandes sur un cristal qui croît que sur un cristal qui fond (voir l'explication géométrique sur le schéma de la figure 2.11). Pour plus de détails sur la transition rugueuse et la surface des cristaux d'hélium on pourra consulter la revue de S. Balibar "The Surface of Helium Crystals" [104].

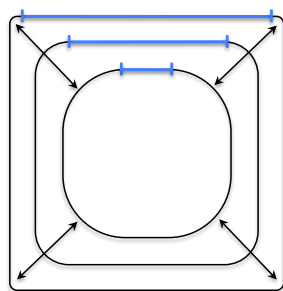


FIGURE 2.11 – Schéma représentant la croissance facettée : les facettes lisses (en bleu) croissent moins vite que les coins rugueux

La dynamique de croissance des facettes est très rapide à basse température car le coefficient d'amortissement de croissance lié à la présence des phonons thermiques décroît en T^4 en dessous de la température de transition rugueuse. Ainsi, la

croissance du cristal se fait avec très peu de dissipation à basse température et lors de la croissance du cristal, les facettes apparaissent très rapidement. La figure 2.12 montre l'image obtenue avec la caméra CCD de la cellule acoustique n°2. La cellule est penchée de façon à ce que l'on puisse la remplir de cristal jusqu'en haut. Nous reviendrons sur ces considérations à la section 2.2.2.4. Nous présentons maintenant un exemple de mesure de l'orientation d'un monocristal, le monocristal X5. Sur la photographie de la Fig 2.12 le monocristal est en équilibre avec la phase liquide.

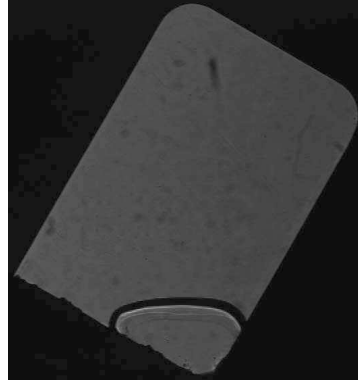


FIGURE 2.12 – Photographie du monocristal X5 en équilibre avec la phase liquide.

On observe Fig 2.13 une série de 3 photographies prises pendant la croissance rapide du monocristal X5. Ces images sont tournées de telle sorte que le grand axe de la cellule soit vertical.

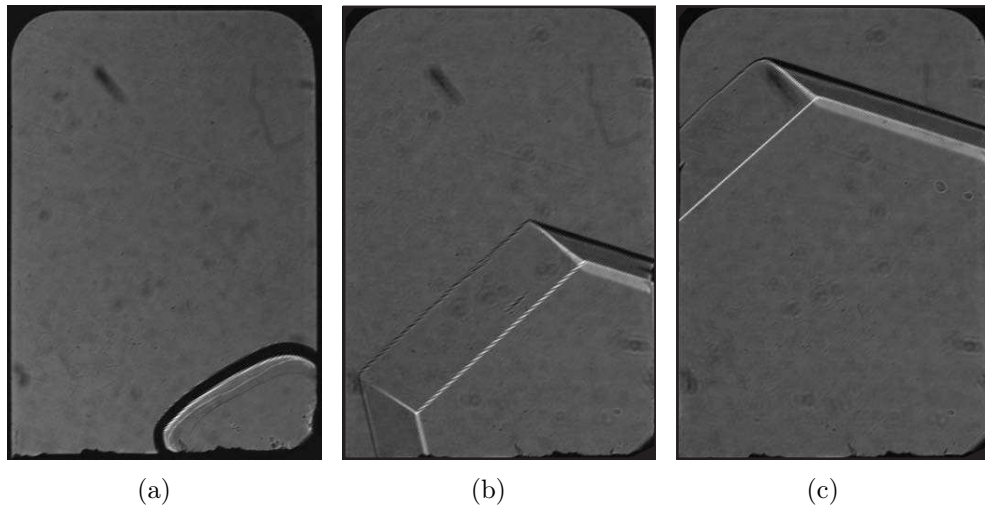


FIGURE 2.13 – Photographies du monocristal X5 pendant une croissance rapide. (a) le cristal est à l'équilibre liquide-solide, (b) et (c) la croissance rapide montre les facettes du cristal.

On retrouve sur la photographie 2.13(a) la forme arrondie du cristal à l'équilibre. Sur les photographies 2.13(b) et 2.13(c), on observe bien les facettes du cristal situé dans la partie inférieure de la cellule. Dans certains cas comme celui-ci, on est capable

d'identifier à partir des angles visibles, la nature des facettes observées. On distingue 3 facettes **a**.

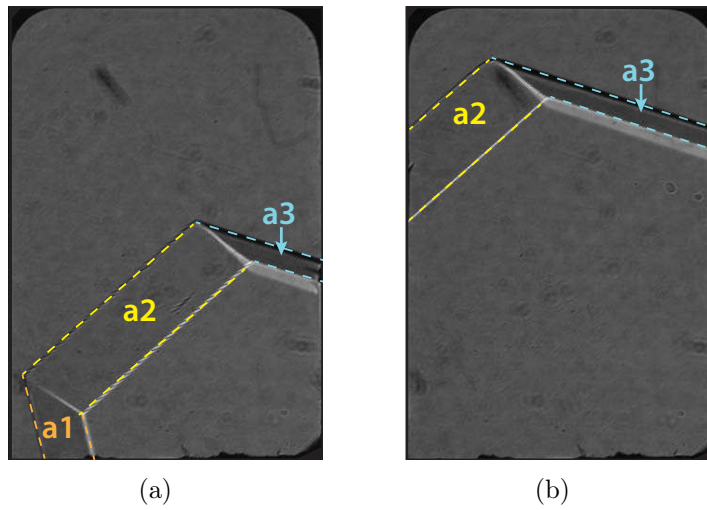


FIGURE 2.14 – Photographies du monocristal X5 pendant une croissance rapide. Les lignes en pointillés montrent l'intersection des facettes **a1**, **a2** et **a3** avec les fenêtres de la cellule.

Lorsqu'on on fait croître le cristal à partir d'un petit germe, les facettes **a** grandissent jusqu'à ce qu'elles touchent les fenêtres. Les lignes en pointillés déterminent l'intersection des facettes **a1**, **a2** et **a3** avec les fenêtres de la cellule (voir Fig. 2.14). À mesure que la croissance du cristal progresse, on observe Fig.2.14(b) que la distance entre les lignes parallèles, en pointillés jaunes (resp. bleus) ne change pas. C'est le signe que les facettes **a2** et **a3** touchent les deux fenêtres sur ces photographies.

On rappelle les différentes longueurs de la cellule sur le schéma Fig. 2.15.

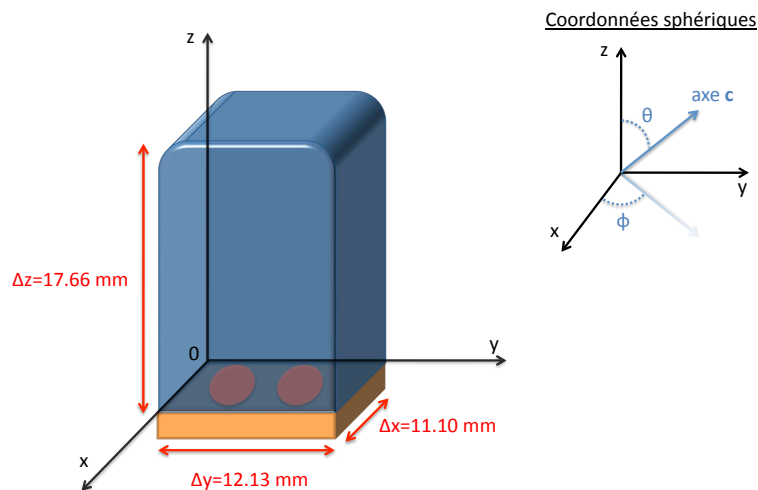


FIGURE 2.15 – Schéma de la cellule acoustique n°2.

Pour déterminer l'orientation du cristal, nous identifions les coordonnées des

points A, B, C et C' appartenant aux facettes **a2** et **a3** et placés sur la photographie Fig. 2.16.

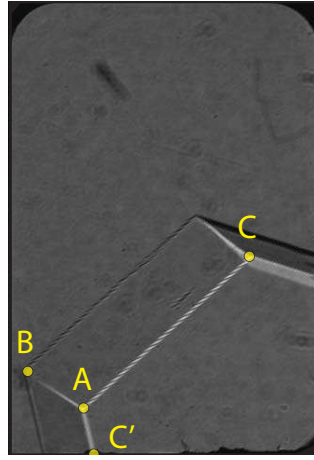


FIGURE 2.16 – Détermination de l'orientation du cristal X5.

En utilisant le logiciel image J, on définit les coordonnées des différents points. Les coordonnées sont prises en faisant l'hypothèse que la ligne blanche sur la photographie correspond à la ligne de contact du cristal sur la fenêtre avant de la cellule. On a (en mm) :

$$A = \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 11.1 \\ 2.89 \\ 1.81 \end{pmatrix}, B = \begin{pmatrix} 0 \\ 0.65 \\ 3.22 \end{pmatrix}, C = \begin{pmatrix} 11.1 \\ 9.39 \\ 7.74 \end{pmatrix}, C' = \begin{pmatrix} 11.1 \\ 3.29 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.15)$$

Avec ces coordonnées, le vecteur normal \mathbf{n}_{a2} à la facette **a2** est défini à partir des 3 points A, B, C. De même le vecteur normale \mathbf{n}_{a1} à la facette **a1** est défini à partir de 3 points A, B, C'. Ainsi l'orientation de l'axe **c** est donnée par :

$$\mathbf{n}_c = \mathbf{n}_{a1} \wedge \mathbf{n}_{a2} \quad (2.16)$$

L'orientation du vecteur \mathbf{n}_c définit l'orientation de l'axe **c** du monocristal X5 présenté sur ces photographies. L'orientation de l'axe **c** par rapport au repère (0,x,y,z) définit par les axes principaux de la cellule est, dans le système de coordonnées sphériques (voir schéma Fig.2.15) donné par les angles $\theta = 97.1^\circ$ et $\phi = 11.4^\circ$. Étant donnée la symétrie d'inversion de l'axe **c** on pourrait également donner le couple de valeurs $\theta = 82.9^\circ$ et $\phi = 191.4^\circ$. Par ailleurs, étant donné les symétries de la cellule selon les axes **Ox** et **Oy**, il existe d'autres couples de valeurs possibles pour les angles θ et ϕ qui donnent la même orientation relative du cristal par rapport à la cellule. Notamment, le fait de supposer que la ligne blanche correspondant à l'intersection d'une facette **a** avec la fenêtre, est située sur la fenêtre avant ou arrière de la cellule n'a aucune importance étant donnée la symétrie de la cellule selon l'axe **Ox**.

2.2.2.3 Monocristaux de très bonne qualité

Après la nucléation d'un germe monocristallin, on fait croître un cristal en appliquant un débit de matière depuis la bouteille vers la cellule. En fonction de la

température à laquelle on le fait croître, de la vitesse de croissance et de la forme de la cellule, on va pouvoir réaliser des monocristaux de qualité différente. En effet, la température et la vitesse de croissance sont des paramètres importants pour la qualité cristalline. Il est d'ailleurs bien connu en croissance cristalline qu'une croissance lente permet d'obtenir un cristal de meilleure qualité.

Aux températures de transitions rugueuses, les facettes principales **a** et **c** des cristaux ^4He croissent par nucléation de terrasses [105, 106]. Cette croissance est induite par les fluctuations thermiques. À plus basse température, la nucléation de terrasse n'est plus efficace et un autre mécanisme apparaît, la croissance autour de dislocations vis. L'accumulation de matière se fait plus facilement autour de la marche, créée par la dislocation vis, de hauteur la norme de son vecteur de Burgers. Cependant, les mesures de Ruutu *et al.* [107, 108] ont montré qu'en dessous de 250 mK et à de très faibles vitesses de croissance, inférieures à typiquement $0.6 \mu\text{m/s}$, la croissance des facettes se fait à nouveau par étalement de terrasses, ce qui suppose l'absence de dislocations vis. Ils montrent que ce processus de croissance par étalement de terrasses permet d'obtenir des échantillons avec zéro dislocations vis. Ils génèrent des dislocations vis (entre 5 et 100 cm^{-2}) en faisant croître leur cristal à plus haute température (200 mK) et à une vitesse de croissance de typiquement $1 \mu\text{m/s}$ verticalement et quelques centaines de $\mu\text{m/s}$ horizontalement. Ils peuvent aussi éliminer les dislocations présentes en faisant fondre le cristal jusqu'à l'obtention d'un germe de petite taille.

Nous présentons ici, la méthode que nous avons suivi pour réaliser des monocristaux avec très peu de dislocations. Nous les faisons croître à la température limite du crysotat à dilution, c'est-à-dire 20 mK d'après la valeur donnée par le thermomètre carbone. La taille moyenne des facettes du cristal est grande à cette température si la croissance est rapide (cf schéma Fig 2.11). La paroi de la cellule n'étant pas parfaitement lisse, une grande facette peut se piéger sur les imperfections de celle-ci et en faisant croître le cristal davantage, la facette peut se libérer brusquement avant de se piéger à nouveau sur une autre imperfection. Cette croissance par à-coups doit certainement altérer la qualité du cristal, créant des défauts à chaque saut de la facette. Une croissance lente est préférable si l'on veut obtenir un cristal de bonne qualité. À basse vitesse de croissance, le cristal présente des facettes de taille plus petite qui ne risquent pas de se piéger sur les parois de la cellule. La nucléation du cristal peut aussi générer des défauts (dislocations, défauts d'empilement). Afin de faire disparaître ces éventuels défauts survenus pendant la nucléation, on fait fondre le cristal juste après la nucléation jusqu'à obtenir un petit germe. Pour faire croître le cristal lentement à basse température il nous faut contrôler précisément le flux de matière entrant dans la cellule. Pour cela, nous utilisons un contrôleur de débit de gaz analogique 5850E Mass Flow Controller de chez Brooks Instrument placé le long de la ligne de remplissage de la cellule expérimentale. La croissance la plus lente réalisée avec ce débitmètre a été faite en 24 heures dans la 2^{ème} cellule acoustique. La taille typique du cristal était de 2 cm, soit une vitesse de croissance moyenne de $0.2 \mu\text{m/s}$. La densité de dislocations, dans ce type de cristaux doit être extrêmement faible, étant donné que ces conditions de température ($T=20 \text{ mK}$) et de vitesse de croissance ($v = 0.2 \mu\text{m/s}$) sont comparables à celles utilisées par

Ruutu *et al.* [107, 108] pour obtenir des cristaux sans dislocations vis. Nous n'avons pas mesuré de manière directe la densité de dislocations dans nos expériences et une mesure d'atténuation des ondes ultrasonores permettant de le faire aura lieu prochainement dans notre équipe. Toutefois, nous avons pu interpréter certains de nos résultats de mesure des propriétés élastiques dans ces monocristaux comme la conséquence d'une faible densité de dislocations. Nous développerons ce point au chapitre 3. Il est possible que les monocristaux faits de cette manière ne contiennent pas ou peu de dislocations vis mais qu'en revanche ils possèdent une densité non nulle mais faible de dislocations coins. D'ailleurs, Ruutu *et al.* ont montré que ce type de croissance à 20 mK et pour des vitesses de croissance comprises entre 1 et 600 nm/s conduisait à une croissance qu'ils qualifient de "burst-like", c'est-à-dire par à-coups. Ils expliquent qu'à ces vitesses, la croissance se fait par ajout rapide (< 1 s) de couches atomiques (200 - 2000). Cette croissance par à-coups pourrait donc produire des dislocations coins dans ces monocristaux. Pour éviter cette croissance par à-coups, Ruutu *et al.* préconisent d'utiliser une vitesse de croissance inférieure à 0.5 nm/s. Un rapide calcul montre qu'avec une vitesse de croissance de 0.5 nm/s, il faudrait plus d'un an pour remplir notre cellule expérimentale (~ 2 cm de hauteur) ce qui n'est pas concevable. Finalement, d'après les mesures de Ruutu *et al.* nos échantillons fait à 20 mK à faible vitesse de croissance ($\sim 0.2 \mu\text{m/s}$) ne devrait pratiquement pas contenir de dislocations vis mais il est possible qu'ils contiennent des dislocations coins.

Nous avons parfois observé le piégeage transitoire d'une petite facette du cristal sur la paroi de la cellule près de l'orifice du capillaire de remplissage lors de la croissance de monocristaux en 24 h à une température de 20 mK (voir Fig. 2.17).

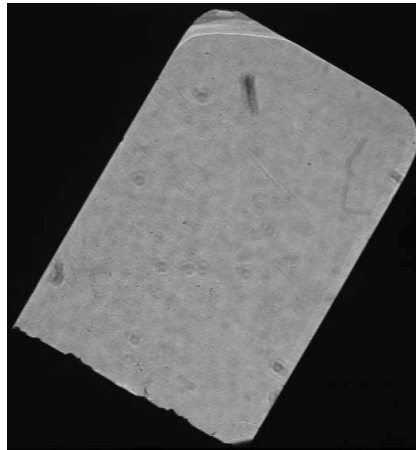


FIGURE 2.17 – Une petite facette peut rester piégée près de l'orifice du capillaire de remplissage

Étant donné que nous réalisons la croissance à débit de matière constant, la vitesse de croissance en haut de la cellule, où la section est plus faible, est plus grande que la vitesse moyenne de croissance. Le plus petit débit possible avec le contrôleur de débit utilisé était $3 \text{ cm}^3/\text{min}$ de gaz dans les conditions STP. On estime que la vitesse de croissance de la surface du cristal à l'instant du piégeage

($0.6 \mu\text{m/s}$), c'est-à-dire lorsque la facette se trouve à 1.4 mm de l'orifice du capillaire de remplissage de la cellule (voir figure 2.17), est environ 3 fois plus grande que la vitesse de croissance moyenne ($\simeq 0.2 \mu\text{m/s}$). Nous avons par la suite décidé de nous équiper d'un contrôleur de débit Brooks SLA5850S analogique permettant d'avoir un contrôle plus fin du débit (0 - $4.46 \text{ cm}^3/\text{min STP}$). Nous avons également acheté un contrôleur électronique modèle 0254 qui réalise la conversion analogique-numérique et nous permet de contrôler le débit à partir d'une interface sur l'ordinateur. Il sera utilisé dans les prochaines expériences de l'équipe. On pourra alors réaliser une croissance à vitesse constante en faisant varier le débit, par exemple, en diminuant le débit à la fin de la croissance.

2.2.2.4 Mouillage et angles de contact

Pour réaliser des cristaux de bonne qualité, la forme de la cellule est aussi très importante. Nous avons rencontré un problème dans la 1^{ère} cellule acoustique que nous avons faite. La croissance de monocristaux de bonne qualité ne remplissait pas cette cellule entièrement. Ceci est lié aux propriétés de mouillage du liquide et du solide ^4He , le liquide mouille mieux les surfaces de la cellule que ne le fait le solide.

Nous avons étudié les angles de contact entre les cristaux d'hélium et les surfaces en cuivre et en graphite de la cellule pendant mon stage de Master 2. Pour mesurer ces angles de contact, nous prenons des photographies du cristal pendant la croissance avec une caméra CCD et nous avons utilisé ImageJ, un logiciel d'analyse d'image, pour le traitement des clichés. La nuance de gris est numérisée, on trouve les minima d'intensité lumineuse correspondants aux points de l'interface liquide-solide avec une précision de l'ordre de 0.3 pixels ($\sim 0.006 \text{ mm}$). On ajuste ensuite les points de l'interface avec l'équation de Laplace intégrée. L'équation de Laplace s'écrit :

$$\Delta P = \gamma C \quad (2.17)$$

avec ΔP la différence de pression entre la phase liquide et la phase solide, γ la tension de surface et C la courbure de l'interface. Cette équation permet d'obtenir une équation différentielle sur $z(x)$, la hauteur de l'interface liquide-solide à la distance x de la paroi de la cellule.

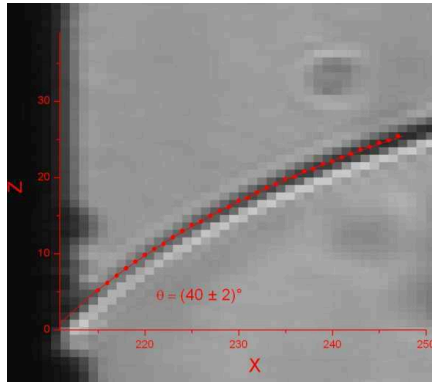
$$\frac{z}{l^2} - \frac{z''}{(1 + z'^2)^{3/2}} = cte \quad (2.18)$$

où $l = \kappa^{-1} = \sqrt{\frac{\gamma}{\delta\rho \cdot g}}$ est la longueur capillaire avec $\delta\rho = (\rho_s - \rho_l)$ la différence de densité entre le solide et le liquide. Une fois l'équation de Laplace intégrée, on obtient :

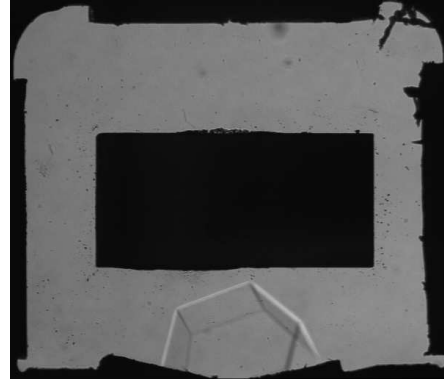
$$x(z) = x_0 + \kappa^{-1} \text{arccosh} \left(\frac{2\kappa^{-1}}{z - z_0} \right) - 2\kappa^{-1} \sqrt{1 - \left(\frac{z - z_0}{2\kappa^{-1}} \right)^2} \quad (2.19)$$

On trouve les paramètres de cette équation par l'ajustement des points expérimentaux. L'angle de contact est donné par la dérivée de $z(x)$ au niveau de la paroi. Nous avons mesuré les angles de contact d'avancée (cristal en croissance) et de recul (cristal en fonte) de 5 cristaux d'orientations différentes (voir un exemple de mesure

Fig. 2.18). À partir de ces mesures nous avons obtenu que l'angle de contact entre un cristal d'hélium et une paroi en cuivre de la cellule est en moyenne $38.3 \pm 2^\circ$ pour l'angle d'avancée et en moyenne $56.2 \pm 2^\circ$ pour l'angle de recul. Ces mesures sont en accord avec celles de la revue de Balibar *et al.* [104] qui étaient cependant beaucoup moins précises. L'hysteresis de l'angle de contact est généralement attribué à l'influence de la rugosité de la paroi (voir par exemple Rolley *et al.* [109]).



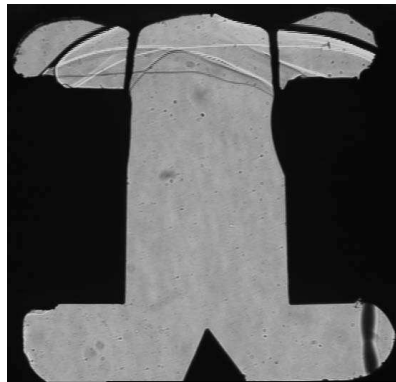
(a) Exemple d'une mesure d'un angle d'avancé.



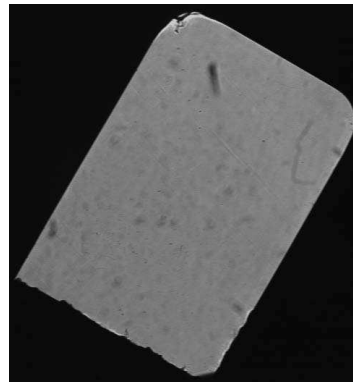
(b) Structure hexagonale du cristal étudié.

FIGURE 2.18 – En (a), un agrandissement du contact entre l'interface liquide solide et une paroi de la cellule, l'ajustement de l'équation de Laplace est donné par les points expérimentaux en rouge.

Après nucléation d'un cristal, dès qu'il est plus grand que la longueur capillaire, il tombe au fond de la cellule. La cellule se remplit donc à partir du bas jusqu'en haut. Du fait de cet angle de contact du solide ^4He , si l'entrée du capillaire de remplissage ne débouche pas sur la partie la plus haute de la cellule alors le capillaire se bouche avant que toute la cellule ne soit complètement pleine. Il faut donc que la partie supérieure de la cellule soit suffisamment concave et que l'entrée du capillaire soit tout en haut de la cellule pour qu'elle puisse se remplir entièrement.



(a) Cellule acoustique n°1.



(b) Cellule acoustique n°2.

FIGURE 2.19 – Comparaison entre les 2 cellules acoustiques (voir texte).

Nous montrons Fig 2.19(a) que le cristal bouche le capillaire de remplissage avant que toute la cellule acoustique n°1 ne soit remplie de solide. Nous avons ensuite pris cet effet en considération lors de la conception de la cellule acoustique n°2. L'orifice du capillaire de remplissage est le point le plus haut de cette cellule car elle est penchée selon 2 directions. Elle est penchée (30°) dans le plan d'observation ce qui se voit bien sur la figure 2.19(b). Elle est aussi penchée (3.7°) dans un plan perpendiculaire au plan d'observation. On montre Fig. 2.19(b) que la cellule n°2 est remplie entièrement de solide.

Les propriétés de mouillage des cristaux d'hélium induisent d'autres effets dans la croissance du cristal dans la cellule. La tension de surface du cristal ^4He l'empêche de pénétrer dans des fentes trop minces. (voir schéma Fig. 2.20 de fentes liquides autour des transducteurs dans la cellule acoustique n°2).

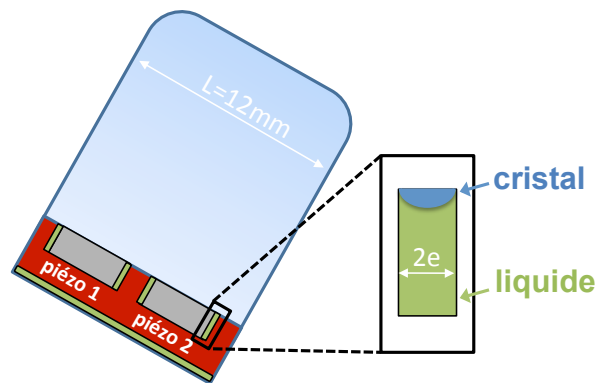


FIGURE 2.20 – Schéma des fentes de liquide (en vert) dans la cellule acoustique n°2, le cristal est représenté en bleu.

D'après la loi de Laplace équation 2.17, une surpression dépendant de la courbure de l'interface liquide-solide est nécessaire pour faire croître le cristal dans une fente. Nous calculons cette surpression nécessaire pour faire croître le cristal dans les fentes de la cellule acoustique n°2. D'après la loi de Laplace $\Delta P = \gamma C$, où ΔP est la différence de pression entre le cristal et le liquide présent dans la fente, γ la tension de surface de l'interface liquide-solide et C la courbure de cette interface. La tension de surface est de l'ordre de 0.2 mJ/m^2 d'après [104]. Dans le cas d'une fente mince on peut prendre comme courbure $1/\sqrt{2}e$ où $2e$ est la largeur de la fente. Considérant la fente présente de part et d'autre des transducteurs piézoélectriques de la cellule acoustique n°2 ($2e=0.065 \text{ mm}$), on trouve une courbure $C = 1/\sqrt{2}e \simeq 20 \text{ mm}^{-1}$. Donc le cristal pénètre dans la fente pour une surpression $\Delta P \sim 4 \text{ Pa}$.

Comme le montre la photographie Fig. 2.12 d'un cristal d'hélium en équilibre avec le liquide, l'interface liquide-solide est courbée. Le cristal ne touche pas les parois latérales de la cellule, il a donc une forme de goutte. Lorsque le cristal remplit toute la cellule, si la pression hydrostatique se transmettait intégralement aux parois latérales alors l'interface liquide-solide près des fentes liquides serait plate. Si la pression hydrostatique pouvait se transmettre dans le solide aussi bien que dans le liquide alors la hauteur de cristal induirait une petite surpression au bas du cristal à la hauteur des fentes liquides. Cette surpression déformerait l'interface liquide-solide

qui pourrait alors pénétrer dans les fentes. On calcule cette surpression hydrostatique pour une hauteur h de cristal. Le cristal et le liquide sont en équilibre, la pression du liquide P_l est :

$$P_l = P_{eq} + \rho_l gh \quad (2.20)$$

et la pression du solide est, dans une approximation raisonnable :

$$P_s = P_{eq} + \rho_s gh \quad (2.21)$$

La différence de pression hydrostatique est :

$$\Delta P_{hyd} = \delta \rho gh = (\rho_s - \rho_l) gh \quad (2.22)$$

L'ordre de grandeur de cette surpression hydrostatique est, au plus bas de la cellule ($h \simeq 2$ cm) :

$$\Delta P_{hyd} \simeq 4 \text{ Pa} \quad (2.23)$$

Cette différence de pression hydrostatique est comparable à la surpression nécessaire pour cristalliser dans les fentes. Donc si la pression peut se transmettre dans le cristal comme dans un fluide alors elle est suffisante pour cristalliser les fentes présentes dans le fond de la cellule. Cependant les fentes plus minces ou placées plus haut dans la cellule resteront liquides. On en conclut que dans certaines de nos cellules expérimentales il restera du liquide à la fin de la croissance de monocristaux. Nous calculons au chapitre 3 ce volume de liquide dans les différentes cellules acoustiques et nous montrons qu'il est principalement lié à l'espace (0.05 mm) entre la fenêtre et la plaque de cuivre des cellules. La présence de liquide dans les cellules est importante et nous expliquons dans les sections suivantes de ce chapitre comment ces régions liquides jouent un rôle dans la qualité et la pureté cristalline.

2.2.2.5 Effets de différents cycles en température

C'est en essayant de régler le problème d'ancrage de la facette au niveau du capillaire de remplissage que nous avons trouvé un moyen de jouer sur la qualité cristalline des monocristaux.

Nous avons réalisé un monocristal de très bonne qualité en équilibre avec la phase liquide à 20 mK, cependant une facette bloquait le capillaire de remplissage Fig 2.17. Dans le but de faire fondre la facette piégée, nous avons réchauffé le monocristal près de la température de transition rugueuse de la facette tout en maintenant le canal de remplissage ouvert. Ce qui fut réalisé en augmentant la température de la cellule à 0.97 K et en ajustant la pression dans le capillaire de remplissage à la pression d'équilibre ($\simeq 25.34$ bar). Une fois que la facette avait relaxé et que l'interface liquide-solide était à l'équilibre, nous avons fini de cristalliser la cellule en injectant de la masse par le capillaire de remplissage. Enfin, nous avons refroidi le cristal (voir le chemin suivi dans le diagramme de phase lors de la descente en température Fig. 2.21).

Nous avons ainsi éliminé la facette, cependant, cette procédure a modifié la qualité du cristal. On montre dans le chapitre 3 les résultats que nous avons obtenus pour ce cristal ainsi recuit. Nous avons de bonnes raisons de penser qu'il a subi une

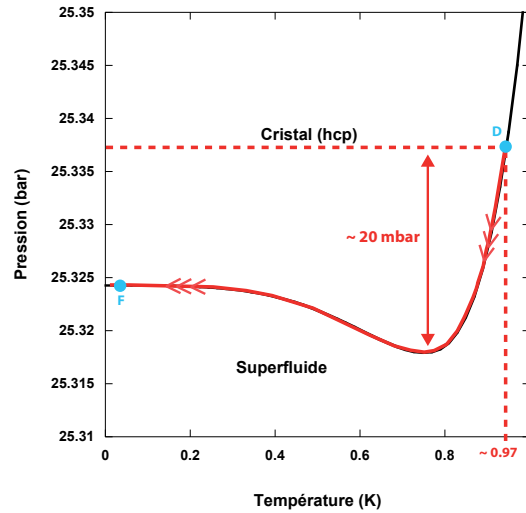


FIGURE 2.21 – Chemin suivi dans le diagramme de phase (P,T) de l’hélium 4. Le point D est le début de la descente en température (0.97 K) et le point F est la fin (0.02 K).

réorganisation de son réseau de dislocations. En effet, la variation de module élastique mesurée dans ce cristal ne peut pas s’expliquer avec un simple réseau cubique de dislocations. Une telle variation nécessite que les dislocations soient alignées dans des plans particuliers parallèles au plan de base de la maille hexagonale. Cet agencement des dislocations donne lieu à des joints de grains de faible désorientation qui confèrent au cristal une structure polygonisée. On en déduit qu’en recuisant un échantillon de très bonne qualité à cette température (0.97 K) on modifie sa qualité cristalline tout en conservant son orientation.

Le cristal étant à l’équilibre liquide-solide, lorsqu’on varie la température, le système suit la ligne de fusion dans le diagramme de phase. On voit Fig. 2.21 que ce recuit est accompagné d’une variation de pression le long de la courbe d’équilibre liquide-solide ce qui peut créer de nouvelles dislocations. Cette variation de pression est relativement faible (~ 20 mbar) et une excursion à plus haute température entrainerait une variation de pression donc des contraintes beaucoup plus grandes. Les fortes contraintes relaxent en partie par la création et la réorganisation des dislocations.

Nous avons réalisé des excursions à plus haute température 1.17 et 1.40 K et observé que le désordre cristallin devait être plus important dans les monocristaux ayant subi ces cycles en température. Ces cycles ne modifient pas l’orientation cristalline et nous permettent de modifier seulement la qualité cristalline. On calcule les contraintes de pression subies par les monocristaux lors de ces cycles en température à partir du volume de liquide présent dans la cellule. En effet, le volume de la cellule étant fermé, le système reste sur une isochore, il suit la courbe d’équilibre liquide-solide du diagramme de phase et il la quitte lorsque tout le liquide est cristallisé. Dans notre cellule acoustique n°2, nous calculons à la section 3.3.1.1 du chapitre 3 le volume de liquide $V_l^i = 69 \text{ mm}^3$, restant après la croissance d’un monocristal, le volume de solide est $V_s^i = 2363 \text{ mm}^3$. Le volume de liquide restant à la fin de la

descente en température V_l^f s'exprime en fonction du volume de liquide initial V_l^i , du volume de solide initial V_s^i et des densités du solide ρ_s et du liquide ρ_l , initiales et finales. Toutes ces quantités dépendent de la température, on a :

$$V_l^f = V_s^i \left(\frac{\rho_s^i - \rho_s^f}{\rho_l^f - \rho_s^f} \right) + V_l^i \left(\frac{\rho_l^i - \rho_s^f}{\rho_l^f - \rho_s^f} \right) \quad (2.24)$$

On présente Fig. 2.22 le volume de liquide restant V_l^f en fonction de la température à laquelle on commence à refroidir la cellule.

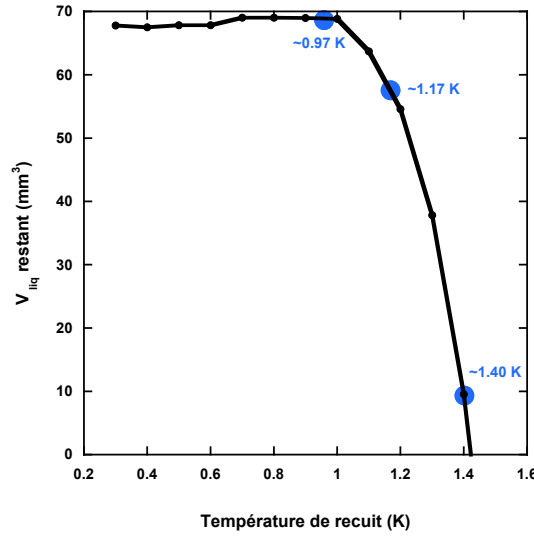


FIGURE 2.22 – Volume de liquide restant dans la cellule en fonction de la température à laquelle on réalise le recuit thermique.

On observe qu'aux trois températures où sont réalisés les recuits, il reste du liquide dans la cellule. Les variations de pression que subit le monocristal sont de l'ordre de 20 mbar lorsqu'on refroidit à partir 0.97 K, de l'ordre de 200 mbar lorsqu'on refroidit à partir de 1.17 K et de l'ordre de 700 mbar lorsqu'on refroidit à partir de 1.40 K. Nous pensons d'après nos mesures acoustiques que la densité de dislocations a changé après les cycles en température à 1.17 et 1.40 K. Les cristaux obtenus après ces cycles en température ont des propriétés très différentes des cristaux obtenus sans cycles en température ou après un cycle en température à seulement 0.97 K. Nous devons confirmer cela par des mesures d'atténuation d'ondes ultrasonores qui permettront de mesurer la densité de dislocations de ces cristaux. Ces mesures seront réalisées prochainement dans notre équipe, dans le cadre de la thèse de Ariel Haziot. Des mesures ultrasons de densité de dislocations dans des monocristaux ont aussi été réalisées par Syshchenko *et al.* [110]. Ces mesures, ajustées à l'aide de la théorie de Granato-Lücke, ont montré que des échantillons monocristallins crûs entre 0.87 et 1.4 K avaient une densité de dislocations $\Lambda \sim 7.5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$. En appliquant des contraintes de cisaillement de l'ordre de 7 mbar à une température d'environ 20 mK, la densité de dislocations de leurs échantillons augmente jusqu'à $\Lambda \sim 1.1 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$.

En conclusion, nous pensons que nos monocristaux préparés lentement à 20 mK, ont une faible densité de dislocations $\Lambda \sim 100 \text{ cm}^{-2}$. En leur faisant subir un cycle en température à 0.97 K, les contraintes de pression qu'ils subissent ($\sim 20 \text{ mbar}$) pourraient suffire à produire des dislocations. Cependant, nos résultats expérimentaux du chapitre 3 semblent plutôt indiquer que les cycles en température à 0.97 K modifient la géométrie du réseau de dislocations. Nos résultats sur les monocristaux ayant subi des cycles à plus haute température 1.17 et 1.40 K semblent indiquer que la densité du réseau de dislocations est plus grande.

2.2.3 Croissance des polycristaux

Les polycristaux sont des assemblages de monocristaux séparés par des joints de grains. Du fait de leur mode de croissance à haute température à partir du liquide normal on pense généralement que la densité de dislocations dans les polycristaux est plus importante que dans les monocristaux.

2.2.3.1 Méthode du capillaire bloqué : Isochore

La méthode du capillaire bloqué est la méthode traditionnelle pour réaliser des polycristaux d'hélium 4. On commence par se placer à haute température ($\sim 3 \text{ K}$) dans la phase liquide normal puis on réalise un bouchon dans le capillaire de remplissage en refroidissant le pot 1K avant de refroidir la cellule. Le volume dans la cellule et dans le capillaire sous le bouchon reste constant lorsqu'on refroidit, le système suit donc une isochore. On s'arrange généralement pour choisir une pression initiale suffisamment grande pour que le système quitte la courbe d'équilibre liquide-solide avant d'atteindre la région bcc (cubique centré). On représente le chemin suivi dans le diagramme de phase Fig. 2.23.

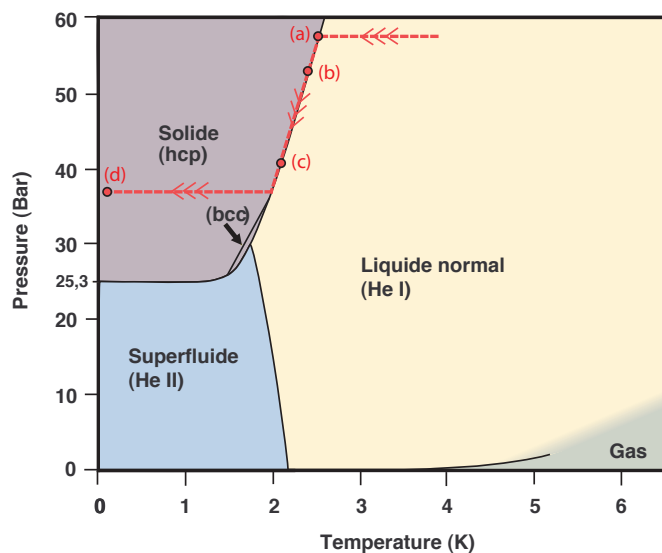
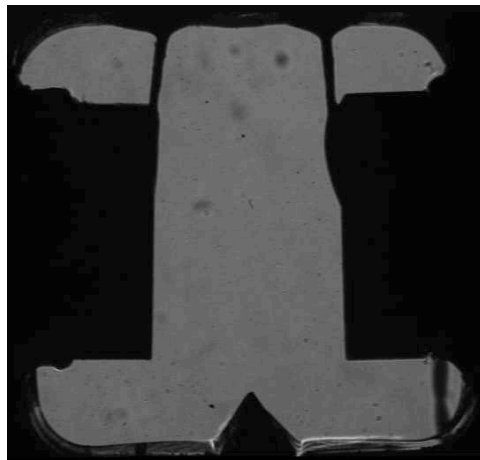
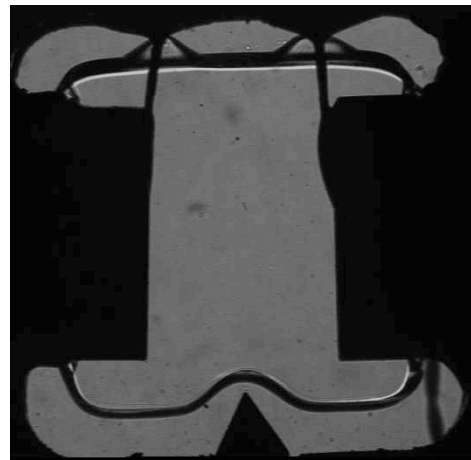


FIGURE 2.23 – Isochore suivie dans le diagramme de phase pour la réalisation d'un polycristal par la méthode du capillaire bloqué.

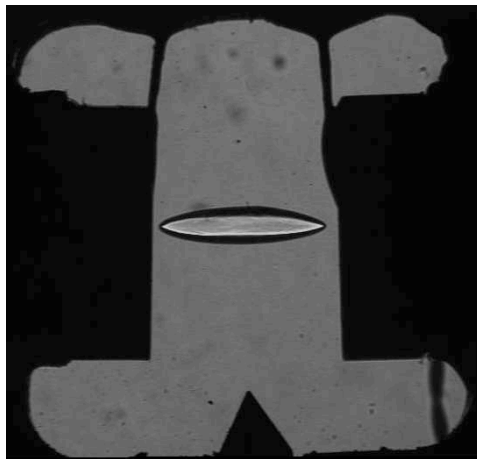
La croissance cristalline à partir du liquide normal est très différente de celle réalisée à partir du liquide superfluide. Au sein du liquide normal les gradients de température sont permis. En diminuant la température à partir du liquide normal, lorsque le système rencontre la courbe de fusion du diagramme de phase, cela donne lieu à de la nucléation multiple sur les parois de la cellule. La cristallisation commence d'abord sur les parois les plus froides de la cellule, les parois en cuivre dans le cas de nos cellules acoustiques, puis se propage vers le centre de la cellule. On présente Fig. 2.24 des photographies de la croissance d'un polycristal prises dans la cellule acoustique n°1 et les points (a), (b), (c), (d) sont aussi représentés sur le diagramme de phase (P,T) de la figure Fig. 2.23.



(a) Apparition du solide sur les parois de la cellule.



(b) Croissance du polycristal.



(c) Fin de la croissance du polycristal.



(d) Le système a quitté la courbe d'équilibre liquide-solide.

FIGURE 2.24 – Photographies montrant la croissance d'un polycristal dans la cellule acoustique n°1 par la méthode du capillaire bloqué.

La croissance de ce polycristal a duré environ 30 min à partir de l'apparition de solide sur les parois de la cellule.

2.2.3.2 Méthode de l'injection rapide de masse dans la cellule

Il s'agit d'une autre méthode de croissance de polycristaux qui consiste en une injection rapide de masse dans la cellule. Pour cela, nous utilisons le piège à azote situé le long de la ligne de remplissage de la cellule. Ce piège est rempli avec une pression de l'ordre de 50 bar, il est isolé de la cellule qui est maintenue à une pression en dessous de la pression de solidification par une vanne fermée. La croissance du polycristal est réalisée en ouvrant rapidement cette vanne, injectant ainsi, une grande quantité de matière dans la cellule dans un temps très court, typiquement 30 s au lieu de 30 min par une croissance par la méthode du capillaire bloqué. Nous présentons Fig. 2.25 des photographies prises pendant la croissance d'un polycristal par la méthode d'injection rapide de masse dans la cellule acoustique n°1.

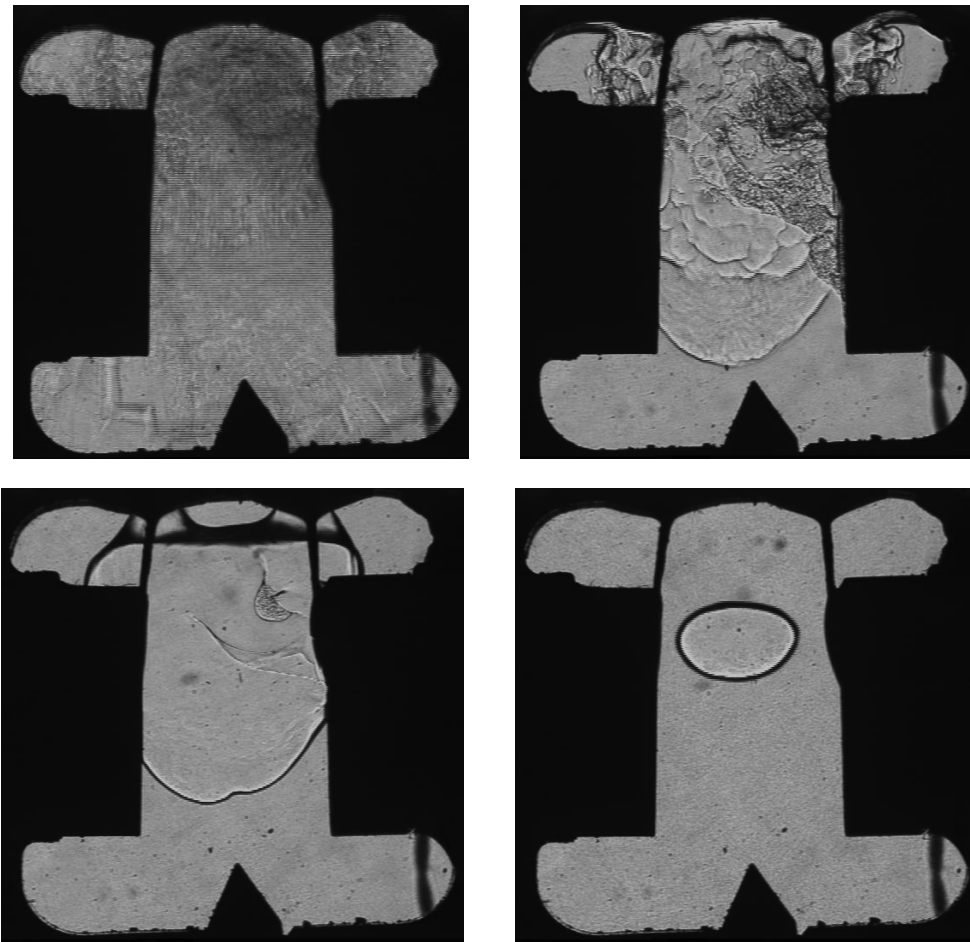


FIGURE 2.25 – Photographies montrant la croissance d'un polycristal en fonction du temps après l'injection rapide de masse dans la cellule acoustique n°1.

Avant l'ouverture de la vanne, la cellule est remplie de superfluide ^4He à une pression d'environ 25 bar et une température de 20 mK. En ouvrant rapidement la vanne, on injecte une quantité de matière n_{inj} non négligeable devant la quantité de matière à l'intérieur de la cellule n_{cel} . Le volume du piège à azote est celui d'un cylindre de diamètre 6 cm de diamètre et de hauteur 9 cm, soit un volume de 255 cm^3 .

À une pression de 50 bar et une température de 77 K, la quantité de matière dans le piège avant l'ouverture de la vanne est :

$$n_{inj} \simeq \frac{255}{22.4 \times 10^3} \times \frac{300}{77} \simeq 0.044 \text{ mol} \quad (2.25)$$

ce qui est comparable à la quantité de matière dans la cellule :

$$n_{cel} \simeq \frac{1}{23.15} \simeq 0.043 \text{ mol} \quad (2.26)$$

Juste après l'ouverture de la vanne, suite à l'injection rapide de masse dans la cellule, la température de la cellule monte transitoirement jusqu'à environ 0.8 K avant de redescendre assez rapidement pendant la croissance du polycristal. L'unité de dilution étant restée relativement froide pendant cette injection de masse la température retombe en dessous de 0.1 K en quelques minutes.

2.3 Pureté des cristaux d'hélium 4

Nous avons passé en revue les méthodes expérimentales qui ont permis de faire varier la qualité des cristaux. Dans cette section nous nous intéressons à la pureté des cristaux d'hélium 4. À basse température (typiquement 4 K) l'hélium 3 est la seule impureté présente en solution dans l'hélium 4 liquide, les autres impuretés étant solidifiées sur les parois de la cellule. C'est pourquoi, le cristal d'hélium qui croît à partir du liquide, est très pur. La seule impureté présente dans l'hélium 4 liquide est l'isotope ^3He . On a vu au chapitre 1 que les anomalies observées dans les cristaux d'hélium 4 sont très dépendantes de la concentration en hélium 3, même pour de faibles concentrations. Nous présentons la physique des impuretés ^3He dans le cristal hcp ^4He dans la limite des basses températures et des faibles concentrations puis la méthode qui nous a permis d'obtenir des cristaux ^4He ultrapurs, c'est-à-dire sans aucune impureté ^3He .

2.3.1 Diffusion des impuretés ^3He dans le cristal hcp ^4He

Dans un cristal quantique les fluctuations de point zéro d'un atome autour de sa position d'équilibre représentent une fraction significative de la distance interatomique. Dans l'hélium 4 solide l'amplitude de ces fluctuations de position représente environ 26 % de la distance interatomique (3 Å). La masse atomique de l'hélium 3 étant plus faible que celle de l'hélium 4, les fluctuations de point zéro des atomes ^3He sont plus grandes. Ces fluctuations de positions induisent au voisinage d'un atome ^3He un volume libre plus grand que le volume libre au voisinage d'un atome ^4He du réseau. Ce volume libre plus important autour d'un atome ^3He implique nécessairement une compression du réseau autour de cet atome. C'est principalement pour cette raison que les atomes ^3He peuvent être considérés comme des impuretés dans l'hélium 4 solide.

Les fluctuations quantiques des atomes du cristal ^4He autour de leur position moyenne (sites du réseau) impliquent le recouvrement des fonctions d'onde atomique

entre atomes voisins. Ce recouvrement permet la possibilité d'échanges entre les atomes du réseau. De la même manière, une impureté isotopique ^3He dans l'hélium 4 solide peut échanger sa position avec un atome ^4He voisin même à température nulle par effet tunnel. Cette diffusion quantique peut conduire à la délocalisation des impuretés pouvant alors être vues comme des quasiparticules : les "impuritons". Il s'agit là d'un modèle théorique proposé par Andreev et Lifshitz [15] dans leur article de 1969 traitant également de la délocalisation de lacunes de point zéro, un sujet que nous avons évoqué au chapitre 1. Ce modèle théorique de diffusion quantique des impuretés ^3He est en accord avec les mesures de RMN [111, 112, 113] qui peuvent suivre le mouvement du moment magnétique nucléaire des atomes ^3He dans une matrice ^4He solide. Dans ces mesures RMN, les auteurs montrent qu'en dessous de 0.8 K, la diffusion des impuretés ^3He est indépendante de la température jusqu'à 0.4 K. La diffusion des impuretés ^3He n'est donc plus limitée par les collisions avec des phonons. Le coefficient de diffusion D qu'ils mesurent en dessous de 0.8 K est donné par :

$$DX_3^h = 2.6 \times 10^{-11} \text{cm}^2/\text{s} \quad (2.27)$$

Cette dépendance en $1/X_3^h$ du coefficient de diffusion en dessous de 0.8 K, montre que les atomes ^3He peuvent être considérés comme des particules balistiques et que leur diffusion n'est limitée que par leur collisions mutuelles. Le fait que la diffusion des impuretés ne dépende plus de la température s'interprète mieux par des processus tunnels quantiques que par des processus thermiquement activés. Ils déterminent alors une fréquence de saut tunnel J_{34} comprise entre 10^5 et 10^6 Hz à $P \sim 25$ bar pour la diffusion quantique des impuretés ^3He dans la matrice solide ^4He . Ils observent également que J_{34} dépend fortement du volume molaire donc de la pression. Nous choisirons arbitrairement pour la suite $J_{34} = 10^5$ Hz. Ils précisent qu'en faible concentration (< 300 ppm) les impuretés se comportent comme des quasiparticules balistiques se déplaçant dans le cristal ^4He à une vitesse v_{moy} de l'ordre de aJ_{34} . Le mouvement d'un atome ^3He dans le cristal ^4He est ainsi réalisé par une séquence de sauts tunnels cohérents impliquant des échanges entre atomes voisins. Le détail microscopique du "saut" est complexe et met en jeu des processus à 3 voir 4 particules ou plus [114, 115]. Nous avons calculé en annexe C cette vitesse moyenne dans un modèle simple de liaisons fortes où l'impureté se déplace par échange avec un seul atome voisin. On trouve une vitesse moyenne de diffusion pour une impureté ^3He plongée dans un cristal ^4He de maille hexagonale compacte :

$$v_{\text{moy}} = 3\sqrt{2}aJ_{34} \simeq 0.4 \text{ mm/s} \quad (2.28)$$

Le mouvement de l'impureté ^3He dans le cristal ^4He est donc celui d'une particule libre se déplaçant par effet tunnel ($J_{34} \simeq 10^5$) à une vitesse moyenne de l'ordre de 0.4 mm/s. Les mesures de RMN sont faites au-dessus de 0.4 K et le problème de piégeage des ^3He sur les lignes de dislocation n'est pas pris en compte, nous l'abordons un peu plus loin dans cette section.

2.3.2 Calcul thermodynamique de la teneur en ^3He des cristaux ^4He

Les impuretés ^3He sont donc capables de se déplacer librement dans le cristal ^4He à condition de ne pas être piégées sur les dislocations. Nous calculons ici la concentration en ^3He d'un monocristal ^4He fait à basse température (20 mK) en équilibre avec le liquide ^4He .

Edwards et Balibar [116] ont donné des formules approchées pour les potentiels chimiques μ_4 et μ_3 , respectivement pour les atomes ^4He et ^3He dans les mélanges ^3He - ^4He liquide et solide. Ces formules sont obtenues à partir d'une théorie phénoménologique à l'équilibre thermodynamique en accord avec diverses expériences. Nous nous sommes intéressés à ces formules pour calculer la teneur en ^3He de monocristaux faits à partir du superfluide à basse température (~ 20 mK) en partant d'une concentration initiale en ^3He de 300 ppb dans la bouteille d'hélium 4 gazeux. Nous avons également utilisé une seconde bouteille de concentration en ^3He de 0.4 ppb. Nous avons donc étudié la région des faibles concentrations en ^3He (inférieures à 10^{-3}) et des basses températures (inférieures à 300 mK) où de nombreuses approximations sont possibles dans la théorie de Edwards et Balibar. Nous avons calculé le rapport X_3^h/X_3^L , des concentrations en impuretés ^3He respectivement dans le cristal hexagonal compact h et dans le liquide L en égalisant le potentiel chimique d'un atome ^3He dans les phases h et L . Le détail des calculs se trouve en annexe B. Pour calculer le potentiel chimique des impuretés ^3He dans le solide hcp ^4He , nous avons utilisé un modèle de solution régulière, c'est-à-dire un modèle qui s'écarte de la solution idéale (mélange de gaz parfaits) par la prise en compte des interactions à 2 corps traités dans l'approximation de champ moyen (voir DGLR [117] complément III.K). Dans cette approximation, on obtient pour le potentiel chimique des impuretés ^3He en solution dans la phase hcp ^4He (en Kelvin par atome) :

$$\mu_3^h = g_3^b + 0.945 + T \ln X_3^h \quad (2.29)$$

où g_3^b est l'énergie de Gibbs du solide ^3He en phase cubique, il s'agit d'une énergie de référence qui disparaît lorsqu'on écrit l'égalité $\mu_3^h = \mu_3^L$. Pour calculer le potentiel chimique dans le liquide ^4He , on utilise l'approximation des basses concentrations en ^3He . On utilise aussi le fait que la température de croissance des cristaux (20 mK) est grande devant la température de Fermi du gaz ^3He ($T_F^* = 0.08$ mK pour une concentration en ^3He du liquide de 300 ppb) et qu'elle se situe dans le régime des basses température (< 300 mK) de la théorie de Edwards et Balibar [116]. Avec ces approximations on peut négliger le terme d'interaction entre atomes ^3He et considérer le gaz ^3He comme un gaz parfait de particules de masse effective $m_3^* = 3.3m_3$, où m_3 est la masse d'un atome ^3He nu. On trouve que le potentiel chimique des impuretés ^3He dans le liquide ^4He est, en K/at :

$$\mu_3^L = g_3^b - 0.414 + T \left[\ln X_3^L + \frac{3}{2} \ln(1.7/T) + \ln 2 \right] \quad (2.30)$$

En égalisant les potentiels chimiques μ_3^h et μ_3^L , on trouve :

$$\mu_3^h = \mu_3^L \quad (2.31)$$

$$g_3^b + 0.945 + T \ln X_3^h = g_3^b - 0.414 + T[\ln X_3^L + \frac{3}{2} \ln(1.7/T) + \ln 2] \quad (2.32)$$

$$\frac{X_3^h}{X_3^L} = 4.43 T^{-3/2} \exp\left(\frac{-1.359}{T}\right) \quad (2.33)$$

À basse température, le membre de droite de cette dernière équation est dominé par l'exponentielle et on retrouve une loi d'Arrhenius où l'énergie d'activation 1.359 K correspond à la différence d'énergie entre l'énergie de liaison d'un ^3He dans le liquide ^4He et celle d'un ^3He dans le solide hcp ^4He . Cette différence d'énergie s'explique d'une part parce que le volume molaire du liquide est plus grand que le volume molaire du solide et d'autre part parce que l'ajout d'un ^3He dans le solide coûte une énergie supplémentaire de déformation élastique du réseau cristallin. On présente Fig. 2.26 le rapport des concentrations en fonction de la température.

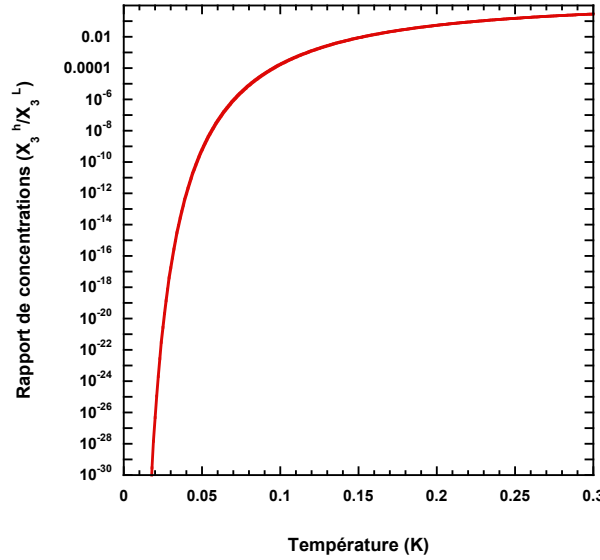


FIGURE 2.26 – Rapport des concentrations X_3^h sur X_3^L en fonction de la température d'après l'expression trouvée à l'équation 2.33.

On observe qu'à une température de 20 mK, ce rapport des concentrations est de l'ordre de 10^{-30} . Autrement dit, lorsqu'on utilise une concentration initiale de 0.4 ppb (4×10^{-10}), la concentration X_3^h dans le solide hcp est $X_3^h \simeq 10^{-40}$ ce qui est extrêmement faible. Le nombre d'atomes dans la cellule acoustique n°2 étant de l'ordre de 10^{22} , on en déduit que le nombre d'atomes n_3^h dans le monocristal ^4He en équilibre avec le liquide ^4He est

$$n_3^h = 10^{22} \times 10^{-40} = 10^{-18} = 0 \quad (2.34)$$

Du point de vue de l'équilibre thermodynamique, un monocristal ^4He en contact avec du liquide ^4He à 20 mK ne devrait donc contenir aucune impureté ^3He . Toutes

les impuretés devraient se retrouver dans le liquide ^4He qui représente un minimum d'énergie. On peut se poser la question de savoir si les approximations faites initialement sont toujours valides lorsque tous les atomes ^3He se retrouvent dans le volume des régions liquides de la cellule par exemple le volume des régions liquides de la cellule acoustique n°2 ($\sim 69 \text{ mm}^3$). La concentration initiale en ^3He de la bouteille d'hélium 4 utilisée était de 0.4 ppb (4×10^{-10}). Lorsque tous les atomes ^3He se retrouvent dans la région liquide, on a $X_3^L \simeq 10^{-8}$. La température de Fermi est donnée par :

$$k_B T_F^* = \frac{\hbar^2 (3\pi^2 n_3)^{2/3}}{2m_3^*} \quad (2.35)$$

avec $n_3 = X_3^L N_A / V_4^L$ la densité volumique d'atomes ^3He dans le liquide ^4He , N_A le nombre d'Avogadro et $V_4^L = 23.146 \text{ cm}^3$ le volume molaire du liquide ^4He à 20 mK. En faisant l'approximation numérique, on trouve que :

$$T_F^* = 1.85 (X_3^L)^{2/3} \simeq 0.01 \text{ mK} \quad (2.36)$$

En conclusion, l'approximation $T \gg T_F^*$ est donc toujours bien vérifiée à 20 mK et l'approximation de faible concentration est aussi bien vérifiée lorsque tous les atomes ^3He se retrouvent dans le liquide car $X_3^L \ll 10^{-3}$. Avec la concentration en ^3He initiale, les approximations du calcul cesseraient d'être valable si tous les atomes ^3He de la cellule acoustique n°2 se retrouvaient dans une très petite goutte de liquide de moins de 1 mm^3 ce qui n'est jamais le cas dans nos cellules acoustiques, le volume de liquide étant toujours plus grand.

2.3.3 Pureté cristalline et dislocations

Les calculs précédents ne tiennent pas compte du piégeage possible des atomes ^3He sur les lignes de dislocations présentes dans le cristal. Par ailleurs, ce sont des calculs qui permettent de trouver l'équilibre thermodynamique et qui supposent que les ^3He peuvent atteindre les régions liquides. Or, nous montrerons au chapitre 3 que dans certains cas les impuretés ^3He peuvent rester piégées sur les dislocations empêchant le système d'atteindre l'équilibre thermodynamique dans un temps relativement court.

Il a été montré au chapitre 1 qu'il existait une distribution d'énergie pour le piégeage d'un atome ^3He sur une dislocation. Cette distribution d'énergie a été proposée par Syshchenko *et al.* [68] sous la forme suivante :

$$n(E) = B \exp - \frac{(\ln E - \ln \Delta)^2}{W^2} \quad (2.37)$$

où $\Delta = 0.73K$ est une énergie caractéristique de piégeage et $W = 0.45$ la largeur caractéristique de la distribution. Les impuretés ^3He ont donc plusieurs niveaux d'énergie disponibles que nous représentons sur le schéma Fig. 2.27.

On fait un petit modèle statistique relativement simple pour trouver comment se repartit le nombre total d'atomes ^3He (N_3) sur les états d'énergies différents, à basse température (20 mK). On a choisi arbitrairement l'état d'une impureté dans

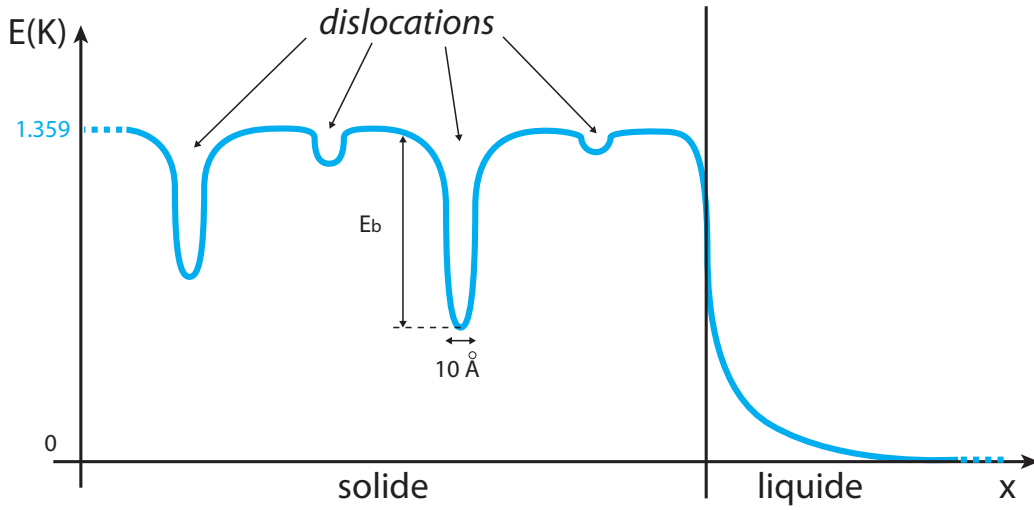


FIGURE 2.27 – Schéma des niveaux d'énergie d'une impureté ^3He dans le solide ^4He , le liquide ^4He et sur les dislocations.

le liquide ^4He à l'énergie $E_L = 0$ avec n_3^L le nombre d'atomes ^3He dans le liquide et V_L le volume de liquide dans la cellule. Une impureté ^3He peut aussi se trouver dans le solide massif ("bulk"), c'est un état d'énergie $E_h = 1.359$ K avec n_3^h le nombre d'atomes ^3He dans le solide massif et N_h le nombre total d'atomes dans le solide massif. Enfin une impureté ^3He peut se piéger sur les dislocations, elle a alors une énergie $E_d = 1.359$ K - E_b où E_b est l'énergie de piégeage d'une impureté sur une dislocation. Il existe manifestement [68] une distribution d'énergies de piégeage ce qui est représenté sur le schéma de la Fig. 2.27 par différentes profondeurs de puits pour les dislocations. Cependant, pour ce modèle nous prendrons une énergie E_d unique que nous ferons varier plus tard. On note n_3^d le nombre d'atomes ^3He sur toutes les dislocations et N_d le nombre de sites sur toutes les dislocations. Dans l'ensemble canonique la fonction de partition s'écrit :

$$Z = \sum_{\text{etats}\{i\}} e^{-\beta E_i} \quad (2.38)$$

$$Z = \sum_E \Omega(E) e^{-\beta E} \quad (2.39)$$

cette dernière somme est une somme sur les énergies E , où $\Omega(E)$ est le nombre d'états microscopiques d'énergie E . La probabilité $P(E)$ que le système se trouve dans un état d'énergie E est donnée par :

$$P(E) = \frac{\Omega(E) e^{-\beta E}}{Z} \quad (2.40)$$

Prenons la fonction de partition Z du système contenant un seul atome ^3He .

$$Z = V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} + N_h \exp(-E_h/k_B T) + N_d \exp(-E_d/k_B T) \quad (2.41)$$

L'énergie d'un atome ^3He étant nulle dans le liquide, le premier terme à droite du signe égal représente simplement le nombre de microétats pour une impureté ^3He de masse effective m_3^* dans le liquide ^4He si l'on néglige tout effet de dégénérescence de Fermi. Ce qui semble raisonnable compte tenu de la température de Fermi relativement faible (< 0.01 mK) du gaz d'hélium 3 dans le volume des régions liquides de la cellule acoustique n°2. Le deuxième terme représente la contribution à la fonction de partition des états de l'impureté ^3He dans le solide ^4He , le troisième terme représente la contribution des états de l'impureté ^3He sur les dislocations. On obtient la fraction n_3^d/N_d de sites sur les dislocations occupés par un atome ^3He :

$$\frac{n_3^d}{N_d} = \frac{N_3 \exp(-E_d/k_B T)}{V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} + N_h \exp(-E_h/k_B T) + N_d \exp(-E_d/k_B T)} \quad (2.42)$$

On a montré précédemment qu'en négligeant la présence des dislocations toutes les impuretés ^3He vont dans le liquide ^4He . On a donc nécessairement :

$$V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} \gg N_h \exp(-E_h/k_B T) \quad (2.43)$$

Ce qui signifie physiquement que la probabilité qu'un atome ^3He se trouve dans le liquide ^4He est plus grande que la probabilité qu'il se trouve dans le solide ^4He . En prenant un volume de liquide $V_L = 69 \text{ mm}^3$, une température $T = 0.02 \text{ K}$ et une masse $m_3^* = 3.3m_3$ avec m_3 la masse d'un atome ^3He . L'application numérique donne :

$$V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} \simeq 10^{18} \quad (2.44)$$

et en prenant $N_h \simeq 10^{22}$ et $E_h = 1.359 \text{ K}$, on obtient :

$$N_h \exp(-E_h/k_B T) \simeq 10^{-8} \quad (2.45)$$

Le terme de la fonction de partition provenant du solide ^4He est négligeable devant celui provenant du liquide ^4He à cette température (20 mK). La fraction n_3^d/N_d peut s'écrire :

$$\frac{n_3^d}{N_d} = \frac{N_3 \exp(-E_d/k_B T)}{V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} + N_d \exp(-E_d/k_B T)} \quad (2.46)$$

d'où une limite supérieure pour cette fraction :

$$\frac{n_3^d}{N_d} = \frac{N_3 \exp(-E_d/k_B T)}{V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2}} \quad (2.47)$$

Avec une concentration initiale en ^3He de 0.4 ppb alors $N_3 \simeq 10^{12}$ et par application numérique le préfacteur à l'exponentielle vaut :

$$\frac{N_3}{V_L \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2}} \simeq 3.7 \times 10^{-6} \quad (2.48)$$

La fraction s'écrit :

$$\frac{n_3^d}{N_d} = 3.7 \times 10^{-6} \times \exp(-E_d/k_B T) \quad (2.49)$$

Le préfacteur est relativement faible et on peut montrer que pour une faible densité de dislocation Λ quelle que soit l'énergie de liaison d'une impureté ^3He sur une dislocation, le nombre d'impuretés sur les dislocations est très faible à l'équilibre thermodynamique. Le nombre N_d de sites sur toutes les dislocations s'écrit :

$$N_d = \frac{\Lambda}{a} V_h \quad (2.50)$$

où Λ est la densité de dislocations, a la distance interatomique et V_h le volume de tout le cristal. Finalement, on a :

$$n_3^d = \frac{\Lambda}{a} V_h \times 3.7 \times 10^{-6} \times \exp(-E_d/k_B T) \quad (2.51)$$

Nous calculons la densité de dislocation Λ_c nécessaire pour qu'un atome ^3He se piège sur une dislocation ($n_3^d = 1$) à l'équilibre thermodynamique en fonction de l'énergie de piégeage $E_b = 1.359 \text{ K} - E_d$, à la température de 20 mK. Donc :

$$\Lambda_c(E_b) = 36.9 \times \exp(-(1.359 \text{ K} - E_b)/0.02) \quad (2.52)$$

On a représenté Fig. 2.28, la fonction $\Lambda_c(E_b)$ en fonction de l'énergie de piégeage E_b . On observe qu'à faible densité de dislocations $\Lambda < 10^4 \text{ cm}^{-2}$ (partie hachurée en

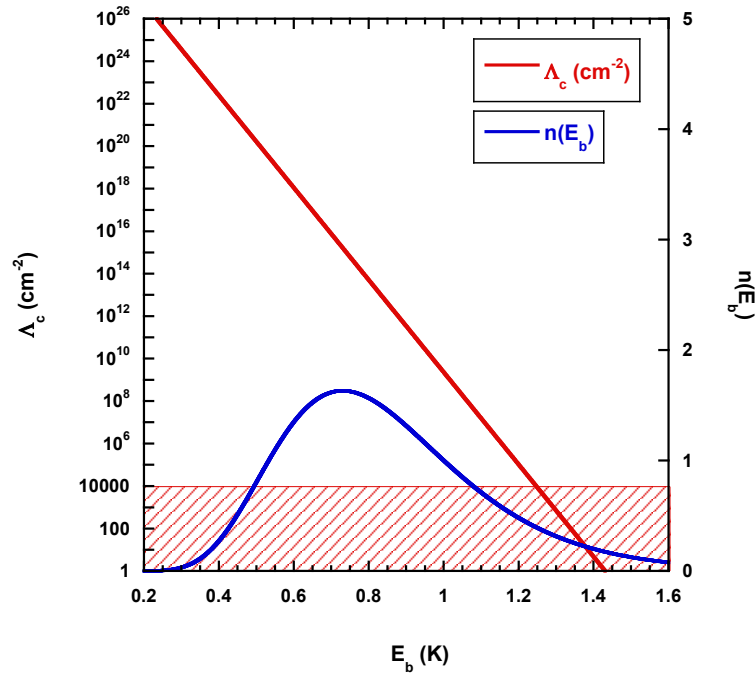


FIGURE 2.28 – Densité de dislocations critique qui permet le piégeage d'un ^3He .

rouge) les atomes ^3He commencent à se piéger uniquement sur les niveaux d'énergie

profonds ($E_b > 1.25$ K) de la distribution. C'est à dire là où la densité de probabilité de la distribution est relativement faible. On en déduit que ces sites de piégeage de grande profondeur doivent être présents en faible quantité s'ils existent. En résumé, on comprend que les dislocations représentent des niveaux d'énergie intermédiaires entre le solide et le liquide pour les impuretés ^3He . Ainsi la prise en compte des dislocations est une correction négligeable au calcul de la concentration en impureté ^3He dans ces monocristaux de bonne qualité, faits à 20 mK. Ainsi, l'équilibre thermodynamique à 20 mK d'un monocristal ^4He ayant très peu de dislocations, en équilibre avec la phase liquide ^4He est tel que le nombre d'impuretés ^3He sur les dislocations est très faible si ce n'est nul.

On peut se poser la question de savoir si l'équilibre thermodynamique est effectivement atteint sur une échelle de temps courte devant la durée de la croissance cristalline. Nous montrerons au chapitre 3 dans l'étude des propriétés élastiques de ces monocristaux de très bonne qualité et ultrapurs que la cinétique de migration des impuretés ^3He joue un rôle important et que l'équilibre thermodynamique n'est pas toujours atteint sur des échelles de temps courtes. Par ailleurs, nos mesures des propriétés élastiques de ces monocristaux faits à 20 mK à faible vitesse de croissance montrent qu'ils sont effectivement ultrapurs. Nous pensons que le procédé de croissance cristalline utilisé avec un front de croissance qui avance lentement permet de chasser les impuretés ^3He devant lui. Cet procédé rappelle la méthode de "fusion de zone" qui est largement utilisée dans l'industrie pour la purification des métaux.

Chapitre 3

Mesures acoustiques dans les cristaux ^4He

Dans ce chapitre, nous décrivons l'étude des propriétés élastiques des polycristaux et des monocristaux d'hélium 4 de qualités et de concentration en ^3He variables. Dans les cellules décrites dans les sections suivantes, nous avons réalisé des expériences de résonance acoustique pour en extraire de l'information sur la rigidité du cristal. Les résonances des cristaux d'hélium sont réalisées dans des cavités acoustiques obtenues en creusant une cavité dans des plaques en cuivre. Nous avons installé deux transducteurs piézoélectriques dans ces cavités. En appliquant une tension électrique alternative à une certaine fréquence sur un transducteur on génère une déformation mécanique qui se propage dans tout le cristal d'hélium. On mesure la contrainte mécanique résultante sur un autre transducteur piézoélectrique et lorsque la fréquence d'excitation correspond à une fréquence de résonance de la cavité acoustique, on mesure un pic de résonance. Cette résonance acoustique dépend des coefficients élastiques du cristal. En étudiant cette résonance en fonction de la température, de l'amplitude d'excitation et du temps, nous obtenons de l'information sur les coefficients élastiques du cristal. Nous décrivons le protocole expérimental et les résultats obtenus dans la première cellule acoustique puis ceux de la seconde cellule acoustique. C'est dans cette seconde cellule acoustique que nous avons obtenu nos résultats principaux sur la plasticité quantique des cristaux ^4He .

3.1 Dispositif expérimental : cellule acoustique n°1

3.1.1 Construction de la cellule

La cellule acoustique n°1 a été obtenue en reprenant une ancienne cellule utilisée par l'équipe avant mon arrivée et en y ajoutant des transducteurs piézoélectriques. La cavité acoustique est réalisée en creusant un trou ($11 \times 11 \text{ mm}^2$) dans une plaque en cuivre de 10 mm d'épaisseur. La cavité est fermée par 2 fenêtres en verre (6 mm d'épaisseur) serrées sur un joint d'indium par l'intermédiaire de 2 brides en Inox. Ce joint d'indium de 1.1 mm de diamètre est déposé dans une gorge autour de la cavité et assure son étanchéité jusqu'à 65 bar au moins. Dans

cette cavité, nous avons collé au Stycast[®] 2850-FT 2 transducteurs piézoélectriques ($L=6.5$ mm, $l=5.0$ mm, $e=2.0$ mm) en Titanate Zirconate de Plomb, achetés chez Channel Industries. On a réalisé une petite électrode en soudant un fil électrique en

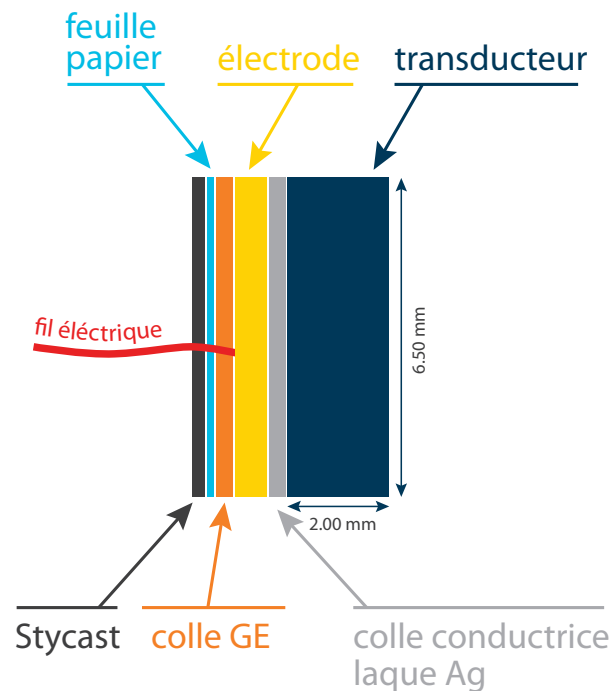


FIGURE 3.1 – Schéma du collage d'une électrode sur un transducteur piézoélectrique.

cuivre (diamètre=0.2 mm) au centre d'une des faces d'une plaquette en Laiton (6.5 mm \times 5.0 mm). Sur ce même côté de l'électrode, on colle une feuille de papier à cigarette à la colle General Electric Varnish[®] 7031. C'est principalement la feuille de papier qui isole électriquement cette face du transducteur qui sera collée sur la cellule en cuivre avec du Stycast[®] 2850-FT. Une fois cette électrode réalisée, on colle l'autre face, la face conductrice, sur une des faces de la céramique avec une colle conductrice, en l'occurrence ici de la laque Argent (voir schéma du montage Fig. 3.1). Après avoir testé ce montage en le plongeant dans l'azote liquide, nous avons réalisé que la laque Argent ne résistait pas à un cycle en température et nous avons décidé d'ajouter du Stycast[®] 2850-FT sur le flanc du transducteur piézoélectrique pour maintenir l'électrode contre la céramique. Une fois l'électrode bien collée sur le transducteur, nous fixons le tout sur un côté de la cavité à la colle Stycast[®] 2850-FT en prenant soin de faire passer le fil électrique dans le trou débouchant sur le dessus de la cellule, ce fil est ensuite soudé à une petite prise fixée sur le dessus de la cellule. Pour assurer le contact à la masse de l'autre face du transducteur piézoélectrique, on colle à la laque argent et à la colle Stycast[®] 2850-FT un petit fil qui relie la face du transducteur piézoélectrique à la masse sur la paroi supérieure de la cavité. Nous avons procédé de la même manière pour le montage des 2 transducteurs piézoélectriques et on peut voir le résultat obtenu sur la photographie Fig. 3.2. On observe également Fig. 3.2 une petite lame de laiton dans le fond de la cavité. À l'origine, nous pensions que les joints de grains étaient le défaut pertinent

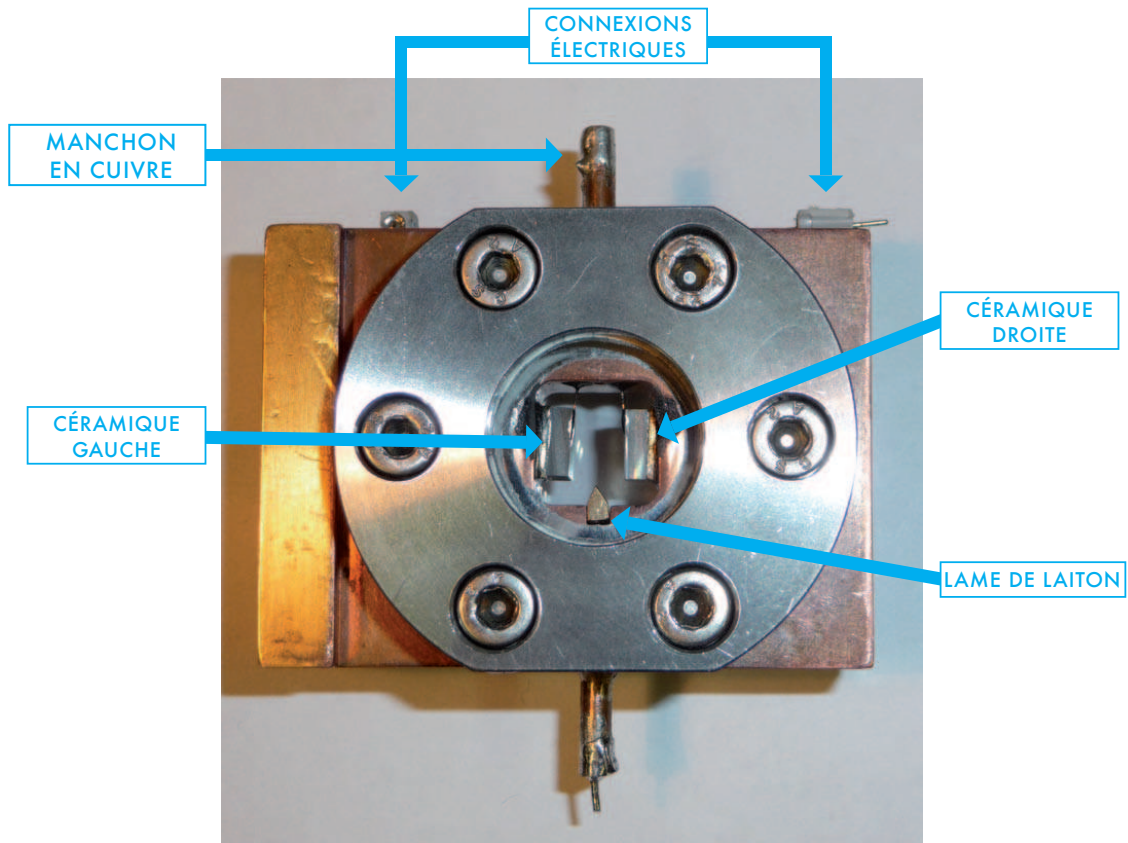


FIGURE 3.2 – Photographie de la cellule acoustique n°1.

dans l'anomalie élastique observée dans les polycristaux et nous souhaitons étudier la rigidité de cisaillement associée à la présence d'un seul joint de grains dans la cellule acoustique. La lame avait donc pour but de fixer le joint de grains au milieu de la cellule. Ce dispositif a plutôt bien fonctionné (voir Fig. 3.3), cependant il était difficile d'obtenir des résultats reproductibles car le joint de grains pouvait se placer de différentes manières dans la cellule. Par ailleurs nous avons plus tard réalisé que les dislocations semblaient jouer un rôle plus déterminant que les joints de grains et nous avons mis un terme à cette idée. La photographie de la Fig. 3.4 montre la cellule acoustique n°1, *in situ*. Cette cellule est fixée à une plaque en cuivre, elle même fixée à la chambre de mélange. Toutes les parties en cuivre en contact sont dorées par électrolyse du cyanure d'Or, ceci évite l'oxydation du cuivre. Le capillaire de remplissage de la cellule (diamètre extérieur=0.75 mm) entre dans un manchon en cuivre un peu plus gros (diamètre extérieur=1.0 mm), il est ensuite soudé à la soudure étain. Les thermomètres sont fixés sur le côté de la cellule et au moment de l'utilisation de cette cellule aucun ancrage thermique supplémentaire pour les fils de connexion des thermomètres n'avait encore été mis en place, ce qui jette un doute sur la valeur de la température mesurée en dessous de ~ 50 mK.

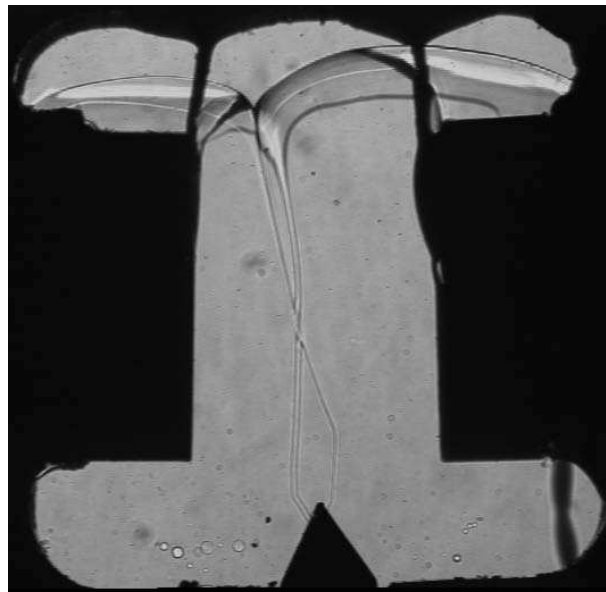


FIGURE 3.3 – Photographie d'un joint de grains attaché sur la lame de laiton au centre de la cellule.

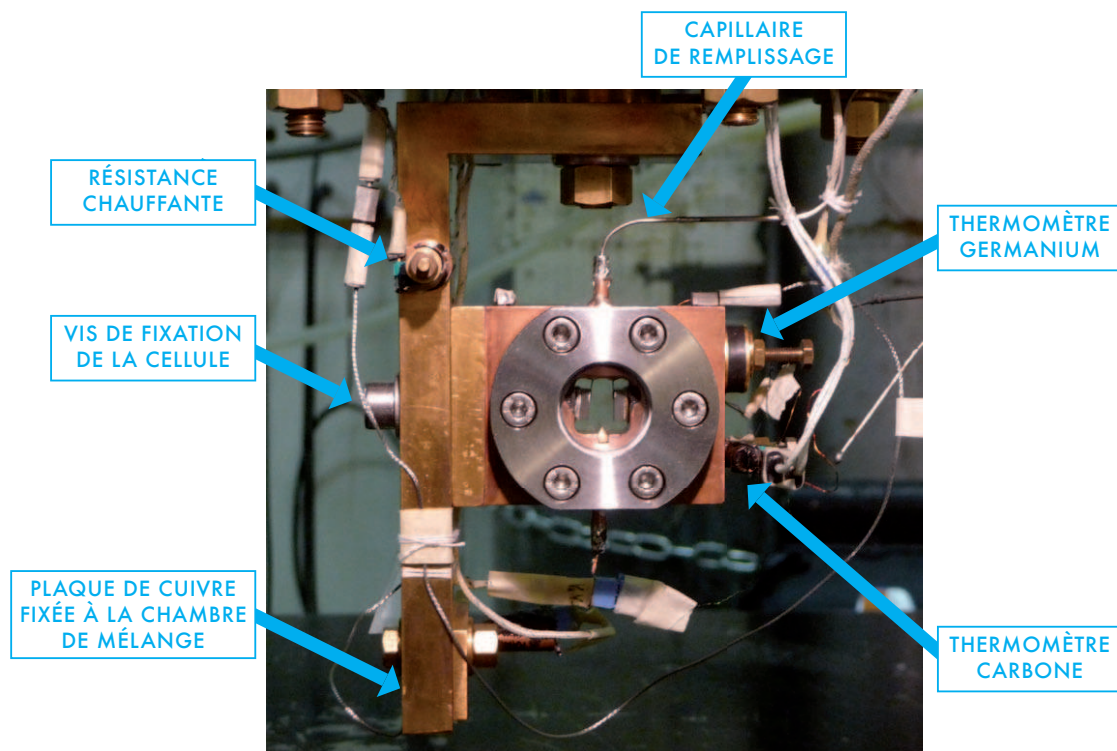


FIGURE 3.4 – Photographie de la cellule acoustique n°1, *in situ*.

3.1.2 Caractérisation des transducteurs piézoélectriques

Les matériaux piézoélectriques ont la propriété de se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique et réciproquement de se déformer lorsqu'on leur applique une tension électrique. Les transducteurs piézoélectriques utilisés dans cette cellule sont des céramiques en Titanate Zirconate de Plomb. Ces céramiques sont polarisées par le fabricant par l'application d'un champ électrique intense. L'axe de la polarisation des céramiques PZT C5800 de Channel Industries est par convention du fabricant l'axe 3 sur le schéma Fig. 3.5. Les fréquences de résonances de la

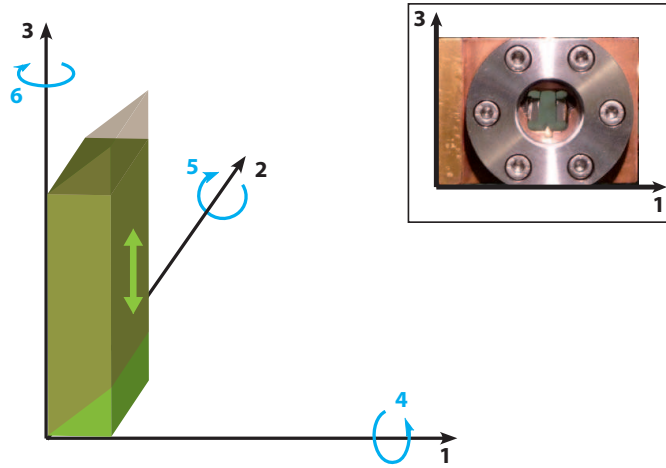


FIGURE 3.5 – Schéma d'un transducteur piézoélectrique PZT C5800 de Channel Industries. Les axes **1** et **3** sont représentés par rapport à la cellule dans l'encart

céramiques peuvent être trouvées à partir de ces dimensions ($L = 6.5$ mm, $l = 5$ mm et $e = 2$ mm) et de la vitesse du son dans le matériau ($N_s = 960$ m/s). Avec ces dimensions, la fréquence du fondamental est $\nu_{fond} \sim 500$ kHz. Le mode fondamental de cette céramique C5800 est une déformation de cisaillement dans le plan défini par les axes **1** et **3**. Ce type de déformation est défini dans la littérature comme une déformation réalisée selon l'axe virtuel 5 (représenté Fig. 3.5). Lorsqu'on applique une tension $U(t) = U_0 \exp(i\omega t)$ aux bornes du transducteur piézoélectrique (faces perpendiculaires à l'axe 1) à basse fréquence ($\omega/2\pi \ll \nu_{fond}$), celui-ci se déforme en cisaillement selon le même mode de déformation que le mode fondamental. Le déplacement $\delta z(t)$ sur la face avant du transducteur, sa face arrière étant collée à la paroi de la cellule en cuivre, est donné par :

$$\delta z(t) = d_{15}U(t) \quad (3.1)$$

où d_{15} est une constante piézoélectrique qui relie le déplacement du transducteur selon l'axe 5 et le champ électrique selon l'axe 1, c'est-à-dire la tension électrique appliquée aux bornes du transducteur piézoélectrique. La valeur de d_{15} est donnée par le fabricant à température ambiante, $d_{15} = 390 \times 10^{-12}$ m/V à 300K. Ce coefficient a été mesuré par le groupe de Beamish [45] à 4 K dans des transducteurs piézoélectriques similaires aux nôtres, achetés chez Boston Piezo-Optics, ils trouvent

une valeur de d_{15} à 4 K diminuée d'un facteur 5 par rapport à la valeur à 300 K. Nous ferons l'hypothèse par la suite que la valeur des constantes piézoélectriques d_{ij} des céramiques C5800 de Channel Industries sont 5 fois moins élevées à basse température (< 4 K) que les valeurs données par le fabricant à 300 K. On obtient $d_{15} = 78 \times 10^{-12}$ m/V à 4 K.

Les propriétés électromécaniques d'une céramique piézoélectrique proche de sa résonance fondamentale sont bien décrites par le circuit équivalent représenté Fig. 3.6. La branche L, C et R en série représente les propriétés mécaniques : masse effec-

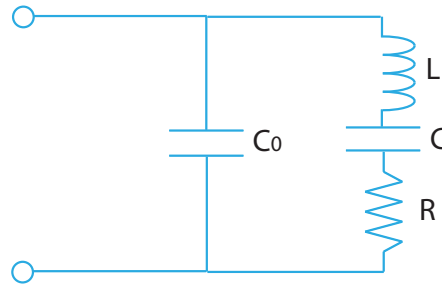


FIGURE 3.6 – Schéma du circuit électronique équivalent d'une céramique piézoélectrique

tive, flexibilité (inverse de la raideur) et la dissipation. C_0 représente la capacité électrique entre les électrodes du transducteur piézoélectrique. Le graphique caractéristique représentant le logarithme du module de l'impédance en fonction de la fréquence est donné Fig. 3.7. En mesurant l'impédance de la céramique en fonction

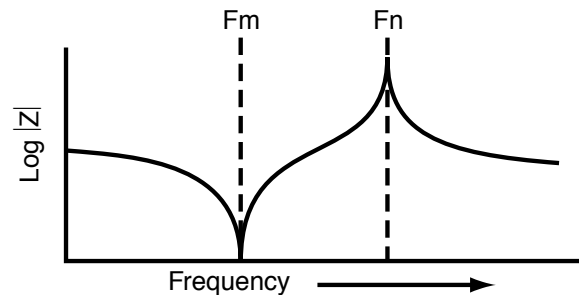


FIGURE 3.7 – Graphique caractéristique d'une céramique piézoélectrique.

de la fréquence et en connaissant les dimensions, la masse, la capacité électrique et le facteur de dissipation, toutes les propriétés des céramiques peuvent être déterminées. Ces données sont mesurées par le fabricant et nous nous sommes contentés de mesurer la fréquence de résonance F_m des céramiques, qui correspond au minimum d'impédance. Sur le schéma Fig. 3.8 la résistance 50Ω correspond à l'impédance de sortie du générateur de tension alternative délivrant une tension V_g . On a ajouté une résistance R de grande impédance (quelques $k\Omega$) en amont de la céramique d'impédance Z_c , de sorte que le courant dans le circuit soit pratiquement indépendant de

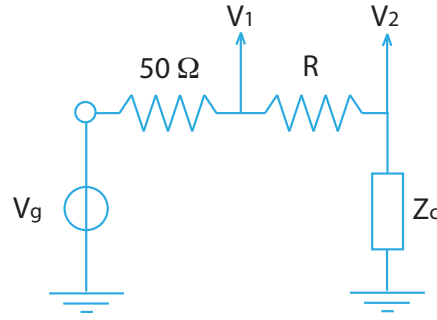


FIGURE 3.8 – Schéma du circuit de mesure de l'impédance d'une céramique.

la fréquence.

$$I = \frac{V_g}{Z_{eq}}$$

$$I = \frac{V_g}{50\Omega + R + Z_c}$$

Nous mesurons les tensions V_1 et V_2 avec un oscilloscope, pour $R \gg Z_c$, I est indépendant de la fréquence et on obtient :

$$Z_c \simeq \frac{V_2}{V_1 - V_2} R \quad (3.2)$$

Nous avons balayé la fréquence manuellement et utilisé une résistance $R=1000\ \Omega$. À la température ambiante, nous avons obtenu pour la céramique piézoélectrique de gauche dans la cellule, une fréquence de résonance du mode fondamental de 473.9 kHz ($Z \simeq 18.2\ \Omega$) et pour le mode supérieur une fréquence de 578.0 kHz ($Z \simeq 38.1\ \Omega$). Pour la céramique de droite, la fréquence de résonance du mode fondamental était un peu différente, on a trouvé 466 kHz. Pour ces céramiques, Channel Industries donne une fréquence de résonance du mode fondamental à 445 kHz. Les mesures données par Channel Industries sont réalisées sur des céramiques complètement libres en déplacement. Nous mesurons les céramiques lorsqu'elles sont collées au Stycast[®] 2850-FT dans la cellule et donc contraintes en déplacement à l'endroit du collage. Il est normal que la fréquence de résonance de nos céramiques soit un peu plus élevée. Nous avons donc trouvé des fréquences de résonance pour le mode fondamental proches de celle donnée par le fabricant ce qui nous a permis de vérifier que les céramiques étaient bien montées. Nous avons également mesuré ces fréquences de résonances à 1.5 K, nous obtenons une fréquence de résonance du fondamental plus élevée pour les 2 céramiques. On trouve 598.3 kHz pour la céramique de gauche et 590.1 kHz pour la céramique de droite. Cette augmentation de fréquence est probablement liée à l'augmentation de rigidité des céramiques à basse température.

En utilisant le montage de la Fig. 3.8 avec une résistance $R = 1000\Omega$, nous avons appliqué un tension $V_g = 100\text{ mV pk-pk}$ et nous avons mesuré la tension V_2 aux bornes de la céramique en fonction de la fréquence. Nous avons réalisé un balayage en fréquence entre 0 et 100 kHz, loin de la fréquence de résonance des céramiques

piézoélectriques (~ 500 kHz) sur la céramique gauche (A) et droite (B). On obtient les courbes de la Fig. 3.9.

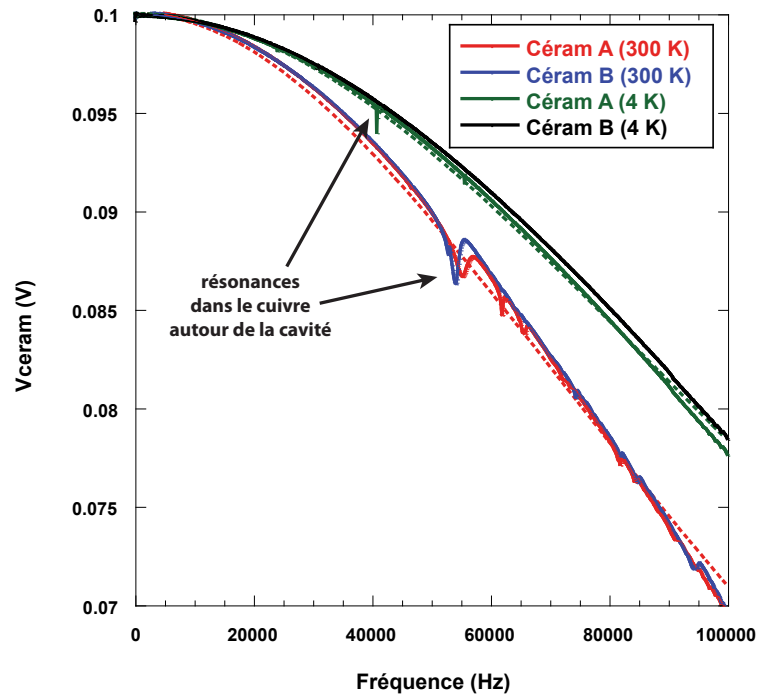


FIGURE 3.9 – Etude en fréquence de la tension aux bornes des céramiques gauche (A) et droite (B) dans la cellule vide.

Les résonances observées correspondent à l'excitation de certains modes de la plaque de cuivre autour de la cavité creusée. Dans cette gamme de fréquences [0 - 100 kHz], la céramique piézoélectrique est analogue à une capacité électrique C_0 du point de vue de ses propriétés électriques et on devrait mesurer une tension aux bornes de la céramique ayant la forme suivante :

$$V_{ceram}(\nu) = \frac{1}{\sqrt{1 + (2\pi\nu RC_0)^2}} \quad (3.3)$$

Nous avons ajusté les courbes en utilisant l'équation 3.3 et en prenant la capacité électrique C_0 comme paramètre, ce qui donne les courbes en pointillé de la Fig. 3.9. On trouve pour les deux céramiques, $C_0 = 0.3$ nF à 300 K et $C_0 = 0.03$ nF à 4 K. La valeur à 300 K est cohérente avec la valeur donnée par le fabricant $C=0.2$ nF et avec nos mesures directes des capacités électriques des céramiques, réalisées à 300 K. Nous avons trouvé 0.234 nF pour la céramique gauche (A) et 0.229 nF pour la céramique de droite (B). Si l'on rajoute la capacité électrique des câbles coaxiaux de l'ordre de la centaine de picofarads on trouve bien une capacité électrique totale de l'ordre de 0.3 nF. Le fait que la capacité électrique des céramiques chute d'un facteur 10 en passant de 300 K à 4 K n'est pas surprenant, la constante diélectrique des céramiques chute à basse température. On observe Fig. 3.9 un pic à 55 kHz sur la courbe des mesures réalisées à 300 K et un pic à 41 kHz sur la courbe des mesures réalisé à 4 K.

3.1.3 Résonance acoustique dans les cristaux ^4He

La modélisation de la résonance acoustique dans les cristaux ^4He se fait à l'aide de champs vectoriels et de tenseurs issus de la mécanique des milieux continus. Ils décrivent la *déformation* du cristal et les *contraintes* internes qu'il subit. La déformation du cristal est définie à partir d'une position où le système est au repos (sans contraintes). On définit le champ vectoriel *déplacement* \mathbf{u} par rapport à la position au repos \mathbf{p}_0 , des points matériels composant le système : $\mathbf{u} = \mathbf{p} - \mathbf{p}_0$. En désignant par x_i la i ème direction du repère fixe, on définit le *tenseur des déformations* $\tilde{\epsilon}$ de composantes :

$$\epsilon_{kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right) \quad (3.4)$$

Le tenseur des contraintes $\tilde{\sigma}$ décrit en chaque point du système la répartition des forces internes. La composante σ_{ij} de ce tenseur représente la composante selon la direction i de la contrainte s'exerçant sur la face du solide orthogonale à la direction j . Les monocristaux d'hélium de structure hexagonale compact sont des milieux anisotropes. La loi de Hooke (loi de l'élasticité linéaire) généralisée à un solide anisotrope relie le tenseur des contraintes σ_{ij} au tenseur des déformations ϵ_{kl} par l'intermédiaire d'un tenseur d'ordre 4, le tenseur d'élasticité c_{ijkl} . Cette relation que l'on trouve dans le Landau, Théorie de l'élasticité [118], s'écrit en coordonnées cartésiennes avec $\mathbf{e1}$, $\mathbf{e2}$ et $\mathbf{e3}$ les vecteurs de base du repère orthonormé :

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl} \quad (3.5)$$

i, j, k, l sont des indices allant de 1 à 3, et il faut utiliser la règle de sommation d'Einstein pour les indices k et l . L'équation d'onde dans un solide homogène anisotrope est :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_j \partial x_k} \quad (3.6)$$

où ρ est la masse volumique du solide et \mathbf{u} le vecteur déplacement. Les symétries du tenseur des contraintes et du tenseur des déformations imposent au tenseur d'élasticité certaines symétries et un nombre de coefficients indépendants de 21 au lieu de 81 (3^4). Il existe une représentation plus simple pour ce tenseur d'élasticité. Les 21 coefficients indépendants de ce tenseur d'élasticité c_{ijkl} peuvent être représentés par $c_{\alpha\beta}$ un tenseur d'ordre 2, en utilisant la notation de Voigt qui établit une correspondance entre les indices $(ijkl)$ et les indices $(\alpha\beta)$:

$$\begin{aligned} (ij) &\rightarrow (\alpha) \\ 11 &\rightarrow 1 \\ 22 &\rightarrow 2 \\ 33 &\rightarrow 3 \\ 32 \text{ ou } 23 &\rightarrow 4 \\ 31 \text{ ou } 13 &\rightarrow 5 \\ 21 \text{ ou } 12 &\rightarrow 6 \end{aligned}$$

Par ailleurs la symétrie du cristal hexagonal compact fait passer le nombre de coefficients élastiques indépendants de 21 à 5. Les 5 coefficients élastiques indépendants $c_{\alpha\beta}$ du cristal hexagonal compact s'écrivent en notation de Voigt :

$$\begin{aligned} c_{11} &= c_{1111} \\ c_{12} = c_{21} &= c_{1122} = c_{2211} \\ c_{13} = c_{31} &= c_{1133} = c_{3311} \\ c_{33} &= c_{3333} \\ c_{44} &= c_{2323} = c_{3232} = c_{2332} = c_{3223} \end{aligned}$$

Soit le tenseur d'élasticité de la structure hexagonale compacte en représentation matricielle, l'axe \mathbf{c} de la structure étant parallèle à l'axe 3 :

$$\begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \quad (3.7)$$

avec $c_{66} = \frac{c_{11}-c_{12}}{2}$.

En notation de Voigt, la loi de l'élasticité linéaire (équation 3.5) s'écrit :

$$\sigma_{\alpha} = c_{\alpha\beta} \cdot \epsilon_{\beta} \quad (3.8)$$

Dans les monocristaux d'hélium les fréquences de résonance dépendent de façon non-triviale de ces 5 coefficients élastiques indépendants (c_{11} , c_{12} , c_{13} , c_{33} , c_{44}). Le calcul analytique des fréquences de résonance est impossible sauf pour des orientations cristallines particulières et une simulation numérique s'impose. Dans les polycristaux, c'est une bonne approximation de considérer que les ondes élastiques se propagent de manière isotrope. Les ondes élastiques se propageant dans les milieux isotropes sont décrites par l'équation d'onde suivante (voir le Landau d'élasticité [118]) :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{E}{2(1+\sigma)} \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_k^2} + \frac{E}{2(1+\sigma)(1-2\sigma)} \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_i \partial x_l} \quad (3.9)$$

Seuls deux coefficients élastiques interviennent dans cette équation, le module d'Young E et le coefficient de Poisson σ . Cette équation s'écrit plus simplement lorsqu'on définit les deux vitesses, v_t la vitesse du son transverse et v_l la vitesse du son longitudinale.

$$v_l = \sqrt{\frac{E(1-\sigma)}{\rho(1+\sigma)(1-2\sigma)}} \quad (3.10)$$

$$v_t = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\sigma)}} = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (3.11)$$

où μ le module de cisaillement. L'équation 3.9 devient :

$$\frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = v_t^2 \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_k^2} + (v_l^2 - v_t^2) \frac{\partial^2 u_l}{\partial x_i \partial x_l} \quad (3.12)$$

La décomposition d'une onde en deux parties progressant indépendamment avec des vitesses différentes peut se faire dans le cas d'une onde quelconque progressant dans un espace isotrope et illimité. On représente le vecteur déformation \mathbf{u} par la somme de deux termes :

$$\mathbf{u} = \mathbf{u}_l + \mathbf{u}_t \quad (3.13)$$

dont l'un satisfait à la condition

$$\text{div } \mathbf{u}_t = 0 \quad (3.14)$$

et l'autre à

$$\text{rot } \mathbf{u}_l = 0 \quad (3.15)$$

donnant les deux équations suivantes :

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 \mathbf{u}_l}{\partial t^2} - v_l^2 \Delta \mathbf{u}_l &= 0 \\ \frac{\partial^2 \mathbf{u}_t}{\partial t^2} - v_t^2 \Delta \mathbf{u}_t &= 0 \end{aligned}$$

Cette décomposition n'est cependant plus possible dans un milieu isotrope limité, comme c'est le cas dans notre cavité acoustique. Les ondes élastiques ne sont pas purement longitudinales ou purement transverses mais une combinaison des deux. Certaines géométries simples de milieux isotropes ont été résolues analytiquement, le problème du cube élastique par Lamé en 1866 et de la sphère élastique par Lamb en 1882 [119]. Cependant les fréquences de résonance d'une cavité acoustique comme la nôtre ne sont pas faciles à calculer analytiquement. On pourra tout de même estimer la fréquence de résonance du fondamental ν_{fond} d'un polycristal dans notre cavité acoustique n°1 en utilisant la relation :

$$\nu_{fond} = \frac{v_t}{2L} \quad (3.16)$$

En prenant $L=1$ cm, la longueur pertinente la plus grande de la cavité acoustique et en prenant la vitesse du son la plus petite dans l'hélium solide, la vitesse du son transverse $v_t \sim 300$ m/s, on trouve :

$$\nu_{fond} \simeq 30 \text{ kHz} \quad (3.17)$$

Cette estimation de la fréquence de résonance du fondamental s'est avérée en très bon accord avec la valeur mesurée expérimentalement.

par l'intégrale sur la surface de la face avant du transducteur :

$$q(t) = \iint_{A_{pzt}} d_{15} \sigma_{xz}(y, z, t) dydz \quad (3.19)$$

où $A_{pzt} = 3.25 \times 10^{-5} \text{ m}^2$ est l'aire de la face avant du transducteur piézoélectrique. La charge détectée sur le transducteur détecteur dépend du temps et s'écrit $q(t) = q_0 \exp(i(\omega t + \phi))$ où ϕ est le déphasage entre la tension appliquée sur le transducteur émetteur et la charge induite sur le transducteur détecteur. Le courant résultant dans la ligne de détection est $I(t) = \frac{dq(t)}{dt} = i\omega q(t)$. Dans les expériences avec la cellule acoustique n°1, nous avons utilisé l'entrée de courant de la détection synchrone et son pré-amplificateur de courant, l'impédance d'entrée Z_e de ce pré-amplificateur est 1 kΩ. L'impédance du transducteur piézoélectrique est principalement celle de sa capacité $C_0 \simeq 0.03 \text{ nF}$ à 4 K :

$$|Z_{trans}| = \frac{1}{C_0 \omega} \simeq 1.10^5, \text{ avec } \omega \sim 30 \text{ kHz} \quad (3.20)$$

$|Z_{trans}| \gg |Z_e|$ le signal est donc correctement amplifié par le pré-amplificateur de courant de la détection synchrone (Stanford Research Systems SR830). La tension mesurée par la détection synchrone après préamplification est :

$$\begin{aligned} U_{mes}(t) &= I(t)G \\ U_{mes}(t) &= i\omega d_{15} G \iint_A \sigma_{xz}(y, z, t) dydz \end{aligned}$$

On définit $\sigma_{moy}(t)$, la contrainte moyenne sur la surface du transducteur émetteur :

$$\sigma_{moy}^{det}(t) = \frac{1}{A_{pzt}} \iint_{A_{pzt}} \sigma_{xz}(y, z, t) dydz \quad (3.21)$$

La tension à la sortie du pré-amplificateur après transformation de Fourier temporelle est donc :

$$U_{mes}(\omega) = i\omega A_{pzt} d_{15} G \sigma_{moy}^{det}(\omega) \quad (3.22)$$

Le véritable signal mesuré par la détection synchrone $S(\omega)$ est en fait la somme du signal $U_{mes}(\omega)$ et d'un "pick-up" P . Il y a deux contributions à ce "pick-up" : une contribution électromagnétique et une contribution mécanique. La contribution électromagnétique provient du couplage capacitif des fils de connexion des transducteurs dont le blindage n'est pas parfait. Ce signal "pick-up" est en quadrature de phase par rapport à la tension appliquée. La contribution mécanique provient de la transmission d'ondes mécaniques du transducteur émetteur au transducteur détecteur, au travers de la cellule en cuivre. La phase de ce "pick-up" peut varier, par exemple, à l'approche d'une résonance dans la cellule en cuivre, ce qui ne se produit que pour des fréquences particulières. Il est difficile de caractériser ce "pick-up" car son amplitude dépend aussi de la fréquence par l'intermédiaire du couplage à résonance dans l'hélium. Le mieux serait à l'avenir d'utiliser une cellule dans laquelle

les modes de résonance sont éloignés de ceux de la cavité d'hélium. Nous prendrons donc pour simplifier P indépendant de la fréquence.

$$S(\omega) = U_{mes}(\omega) + P \quad (3.23)$$

$S(\omega)$ et $U_{mes}(\omega)$ et P sont des quantités complexes. La détection synchrone est synchronisée avec le générateur de tension, elle permet ainsi de filtrer le signal reçu $S(\omega)$ en éliminant tous les signaux qui ne sont pas à la même fréquence que la tension excitatrice. Elle permet également d'extraire, du signal mesuré, la partie réelle (signal en phase) :

$$X(\omega) = \Re[S(\omega)] = \Re[U_{mes}(\omega) + P] \quad (3.24)$$

et la partie imaginaire (signal en quadrature de phase) :

$$Y(\omega) = \Im[S(\omega)] = \Im[U_{mes}(\omega) + P] \quad (3.25)$$

Nous réalisons un spectre de la cavité acoustique en présence d'un cristal en balayant la fréquence de la tension excitatrice. Nous mesurons des pics de résonance aux fréquences propres de la cavité. La détermination exacte de la forme des pics de résonance dans la cavité acoustique est difficile et nécessiterait une analyse modale. Nous utilisons un modèle très simple d'oscillateur harmonique forcé à 1D pour modéliser la forme du pic de résonance afin d'en extraire la fréquence de résonance et le facteur de qualité. Nous supposons que les données sont décrites par :

$$S(\omega) = \frac{U_m}{\omega - \omega_0 - i\lambda} + P \quad (3.26)$$

On réalise un ajustement de la partie réelle par :

$$X_{aj}(\omega) = U_m^R \frac{\omega - \omega_0}{(\omega - \omega_0)^2 + \lambda^2} - U_m^I \frac{\lambda}{(\omega - \omega_0)^2 + \lambda^2} + P^R \quad (3.27)$$

et de la partie imaginaire par :

$$Y_{aj}(\omega) = U_m^R \frac{\lambda}{(\omega - \omega_0)^2 + \lambda^2} - U_m^I \frac{\omega - \omega_0}{(\omega - \omega_0)^2 + \lambda^2} + P^I \quad (3.28)$$

Les indices R (et I) représentent les parties réelles (respectivement imaginaire) des quantités concernées. Ces ajustements nous permettent d'extraire à partir des paramètres U_m^R , U_m^I , ω_0 , λ , P^R et P^I :

la fréquence de résonance

$$f_0 = \omega_0 / 2\pi \quad (3.29)$$

le facteur de qualité

$$Q = \frac{\omega_0}{2\lambda} \quad (3.30)$$

l'amplitude du pic de résonance

$$U_{mes}(\omega_0) = \sqrt{(X(\omega_0) - P^R)^2 + (Y(\omega_0) - P^I)^2} = \frac{|U_m|}{\lambda} \quad (3.31)$$

3.2 Résultats : cellule acoustique n°1

Les résultats présentés ont été obtenus dans des cristaux réalisés soit à partir d'hélium 4 à 300 ppb soit à partir d'hélium 4 à 0.4 ppb. Les monocristaux seront nommés Xn et les polycristaux PolyXn où n est un nombre permettant de les différencier. On a rajouté le mot "Pur" avant le nom des cristaux ayant été réalisés avec un hélium 4 à 0.4 ppb, par exemple, le cristal "PurPolyX1".

3.2.1 Résonances dans le superfluide

Avant de nous lancer dans l'étude des modes de résonance dans l'hélium solide, nous avons tenu à vérifier que la méthode de mesure fonctionnait dans un cas plus simple. Nous avons observé la dépendance en pression de la fréquence d'un mode de résonance dans le superfluide ^4He . La vitesse du son dans l'hélium 4 superfluide a

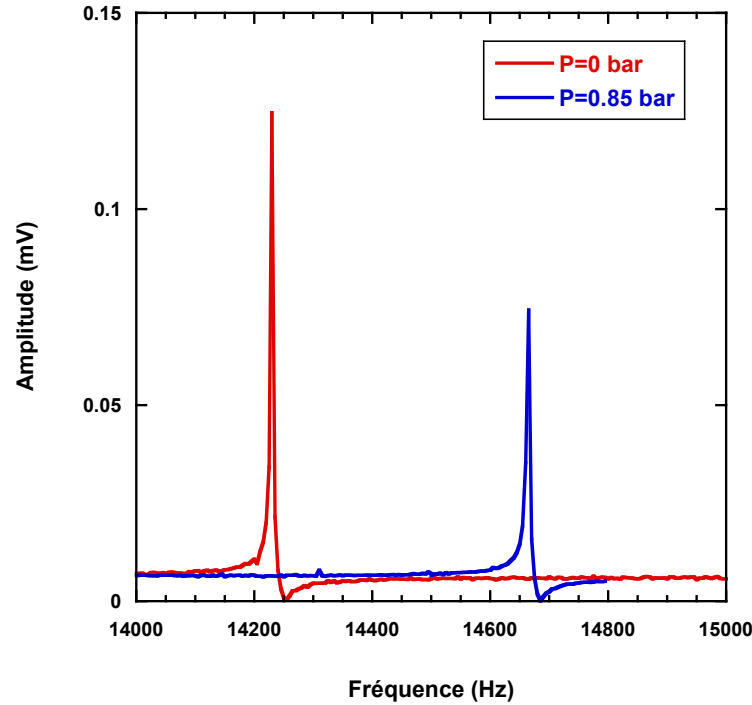


FIGURE 3.11 – Résonances acoustiques dans le liquide superfluide ^4He .

été mesurée très précisément en fonction de la pression. Maris a montré [120] que la relation entre la vitesse du son c et la pression pouvait s'écrire :

$$c^3 = b(P - P_c) \quad (3.32)$$

où b est une constante et $P_c = -9.6$ bar [120]. En dérivant cette expression, on obtient :

$$\frac{\delta c}{c} = \frac{1}{3} \frac{\delta P}{P - P_c} \quad (3.33)$$

Par ailleurs, on peut faire l'approximation que la fréquence des premiers modes de résonance dans la cavité est linéaire par rapport à c . Par exemple, dans le cas où

il n'y aurait aucun couplage entre les modes de résonance du superfluide dans la cavité, on aurait pour la fréquence de résonance :

$$\nu_{n_x, n_y, n_z} = \frac{c}{2} \sqrt{\left(\frac{n_x}{L_x}\right)^2 + \left(\frac{n_y}{L_y}\right)^2 + \left(\frac{n_z}{L_z}\right)^2} \quad (3.34)$$

où n_x, n_y, n_z sont des entiers et L_x, L_y et L_z les 3 dimensions de la cavité. En dérivant cette relation par rapport à c , on obtient :

$$\frac{\delta \nu}{\nu} = \frac{\delta c}{c} \quad (3.35)$$

et donc :

$$\frac{\delta \nu}{\nu} = \frac{1}{3} \frac{\delta P}{P - P_c} \quad (3.36)$$

Le mode de résonance mesuré à pression nulle a une fréquence $\nu_1=14.23$ kHz qui passe à 14.66 kHz à une pression de 0.85 bar.

$$\begin{aligned} \frac{\delta \nu}{\nu} &\simeq 0.031 \\ \frac{1}{3} \frac{\delta P}{P - P_c} &\simeq 0.030 \end{aligned}$$

On obtient donc un bon accord avec la théorie pour la dépendance en pression de la vitesse du son dans le superfluide ⁴He. Cette mesure nous a permis de vérifier que les transducteurs fonctionnaient bien.

3.2.2 Résonances acoustiques dans les cristaux ⁴He

Afin de trouver la fréquence des pics de résonance, nous commençons par mesurer l'amplitude du signal $|S(\omega)| = \sqrt{X(\omega)^2 + Y(\omega)^2}$. On balaye la fréquence sur un large spectre avec un intervalle en fréquence grossier et une constante de temps d'intégration de la détection synchrone, relativement courte. Cela nous permet de rapidement situer les pics de résonance. À titre d'exemple, est présenté Fig.3.12, le spectre d'un monocristal (nommé "PurX4R") que nous avons étudié. Nous donnons quelques ordres de grandeur des signaux utilisés. L'amplitude de la tension sinusoïdale appliquée à la céramique est $U_0=0.9$ mV pk-pk, elle induit une amplitude de déplacement sur la face avant du transducteur $\delta_z^0=d_{15} \times 0.9 \cdot 10^{-3} \simeq 7 \cdot 10^{-14}$ m.

On observe Fig. 3.12 deux pics distincts correspondant aux deux premiers modes de résonance du cristal à la température de 112 mK. Par un balayage en fréquence plus fin autour d'une seule résonance nous obtenons une meilleure résolution du pic. Nous pouvons ensuite déterminer les paramètres de la résonance en ajustant en même temps, la partie réelle et la partie imaginaire du signal $S(\omega)$ par les équations 3.27 et 3.28. Est présenté Fig. 3.13 un ajustement des signaux en phase et en quadrature de phase pour le premier mode de résonance. Avec cet ajustement du signal $S(\omega)$ nous obtenons, la fréquence de résonance $\nu_{res}=30668$ Hz, le facteur de qualité $Q=1750$ et l'amplitude du maximum $U_{mes}(\omega_0)=0.43$ mV rms. L'amplitude du pic de résonance $U_{mes}(\omega_0)$ est directement reliée à la contrainte maximum

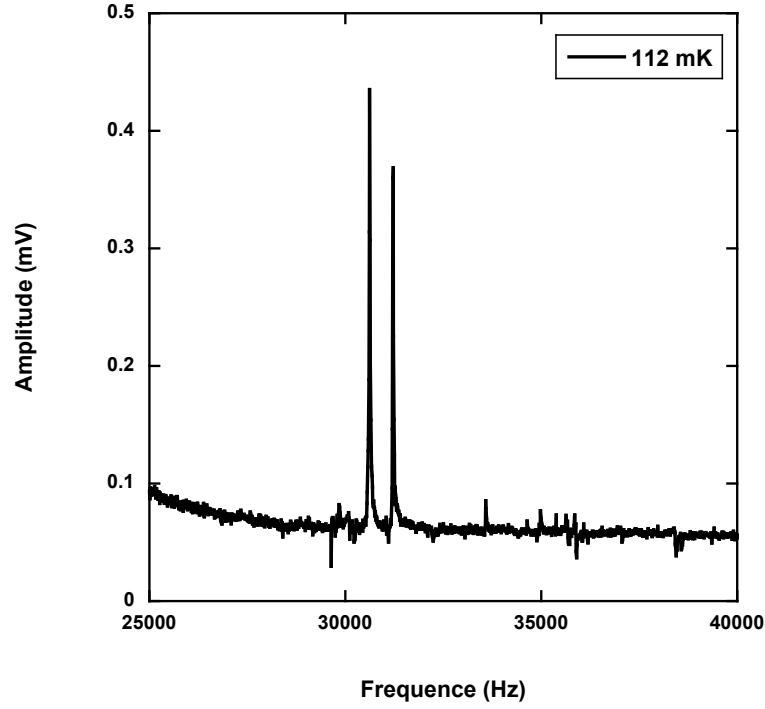


FIGURE 3.12 – Résonances acoustiques du monocristal PurX4R à 112 mK.

σ_{max} appliquée sur la face du transducteur détecteur en contact avec le cristal, à la résonance. D'après l'équation 3.63, on a :

$$U_{mes}(\omega_0) = i\omega_0 A_{pzt} d_{15} G \sigma_{max} \quad (3.37)$$

et donc

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{15} G} \simeq \frac{4.3 \cdot 10^{-4} \times \sqrt{2}}{2\pi \times 31 \cdot 10^3 \times 3.25 \cdot 10^{-5} \times 78 \cdot 10^{-12} \times 10^6} \simeq 12 \mu\text{bar} \quad (3.38)$$

Cette valeur de la contrainte permet de déterminer la déformation du cristal sur la face avant du transducteur. Dans le cas d'un monocristal comme c'est le cas ici, la déformation est un tenseur de rang 2 et à partir de l'orientation du monocristal nous pouvons remonter à cette déformation. La relation contrainte-déformation s'écrit en notation de Voigt :

$$\sigma_\alpha = c_{\alpha\beta} \cdot \epsilon_\beta \quad (3.39)$$

La matrice des coefficients élastiques donnée à l'équation 3.7 est exprimée dans la base où l'axe z du repère est parallèle à l'axe **c** du cristal. La véritable orientation de ce cristal n'étant pas celle-ci, on doit appliquer une transformation de rotation à la matrice des coefficients élastiques. Les angles θ et ϕ définissent l'orientation de l'axe **c** dans le système des coordonnées sphériques. θ est l'angle entre l'axe **c** et l'axe **3** défini Fig. 3.5. ϕ est l'angle entre la projection de l'axe **c** sur le plan des axes (**1,2**) et l'axe **1**. La transformation de rotation est expliquée en annexe D. L'orientation de l'axe **c** du monocristal PurX4R est mesurée à partir des photographies présentées

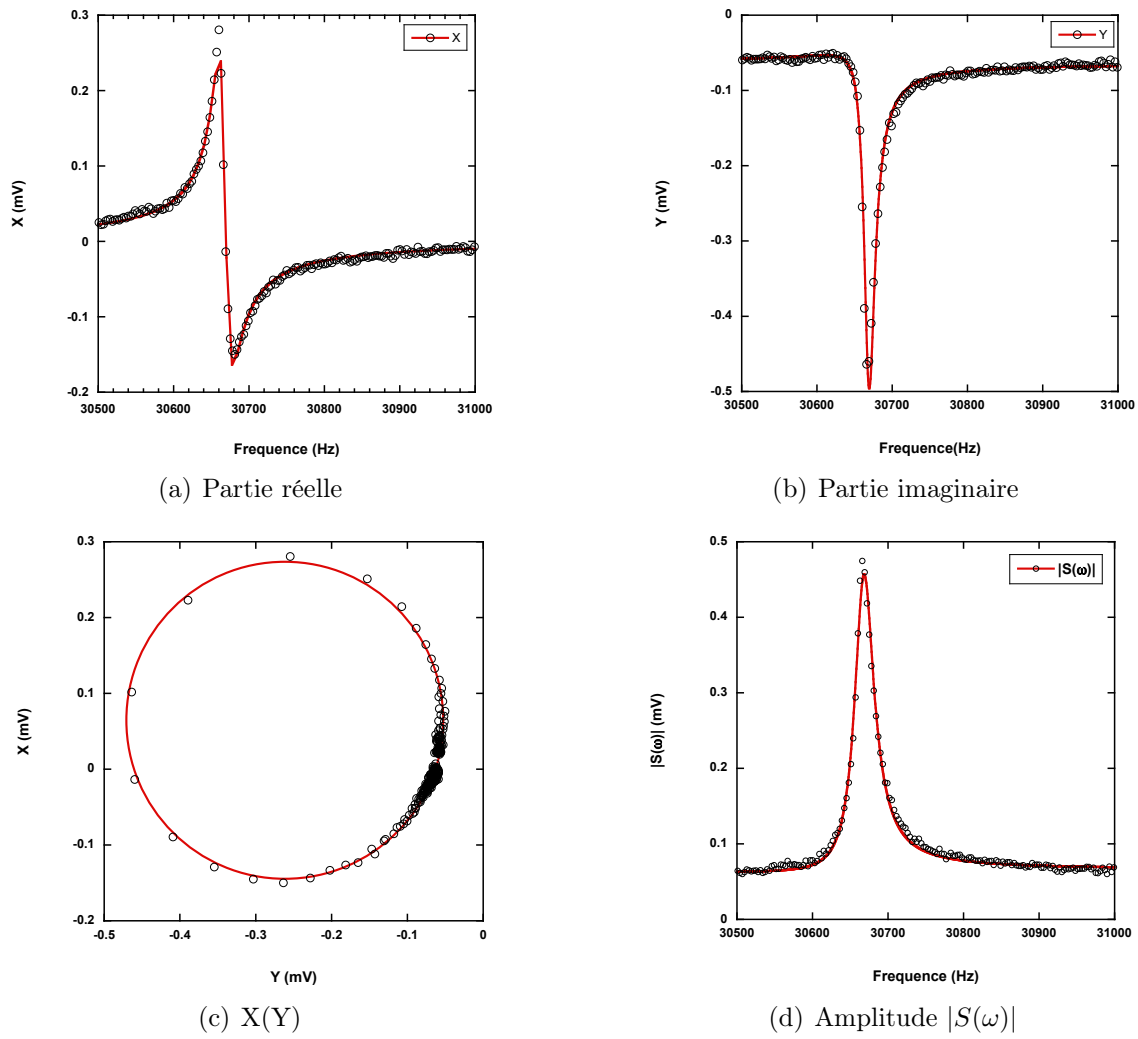


FIGURE 3.13 – Ajustement du signal mesuré $S(\omega)$ du premier mode de résonance du monocristal PurX4R.

Fig. 3.14. Nous obtenons pour ce cristal d'après la méthode expliquée au chapitre 2, les angles $\theta = 100^\circ$ et $\phi = -76^\circ$. Les relations contraintes-déformations, en notation de Voigt, s'écrivent :

$$\sigma_\alpha = \tilde{c}_{\alpha\beta} \cdot \epsilon_\beta \quad (3.40)$$

$$\epsilon_\alpha = (\tilde{c}^{-1})_{\alpha\beta} \cdot \sigma_\beta \quad (3.41)$$

La contrainte maximale calculée à partir de l'équation 3.38 correspond à la contrainte σ_5 mesurée par le transducteur piézoélectrique :

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ \sigma_5 = |\sigma_{max}| \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.42)$$

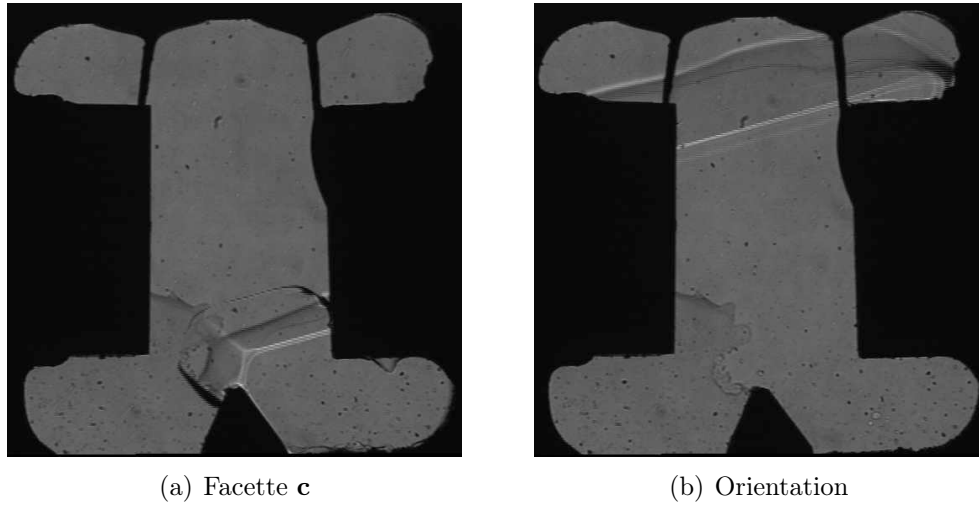


FIGURE 3.14 – Photographies permettant le calcul de l’orientation du cristal PurX4R.

Pour ce cristal d’orientation $\theta=100^\circ$ et $\phi = -76^\circ$, en utilisant la rotation de la matrice d’élasticité $c_{\alpha\beta}$ définie en annexe D et avec les 5 coefficients élastiques indépendants (c_{11} , c_{12} , c_{13} , c_{33} , c_{44}) mesurés par Greywall [121] :

$$\begin{aligned}
 c_{11} &= (4.05 \pm 0.04) \times 10^7 \text{ Pa} \\
 c_{12} &= (2.13 \pm 0.06) \times 10^7 \text{ Pa} \\
 c_{13} &= (1.05 \pm 0.13) \times 10^7 \text{ Pa} \\
 c_{33} &= (5.54 \pm 0.22) \times 10^7 \text{ Pa} \\
 c_{44} &= (1.24 \pm 0.02) \times 10^7 \text{ Pa}
 \end{aligned}$$

on obtient ainsi le tenseur des déformations :

$$\epsilon = \begin{pmatrix} 8.02 \cdot 10^{-9} \\ -3.11 \cdot 10^{-9} \\ 9.08 \cdot 10^{-9} \\ -1.86 \cdot 10^{-9} \\ 1.40 \cdot 10^{-7} \\ 4.13 \cdot 10^{-8} \end{pmatrix} \quad (3.43)$$

La composante maximale du tenseur des déformations est la composante $\epsilon_5 = 1.4 \cdot 10^{-7}$, elle correspond à une déformation dans le plan (x0z) parallèle aux électrodes du transducteur piézoélectrique. Ce calcul donne :

$$\epsilon_{max} \simeq 1.4 \cdot 10^{-7} \quad (3.44)$$

Cette déformation est de l’ordre de grandeur du seuil de non-linéarité en déformation mesuré par Day *et al.* [122]. Cependant nous n’avons pas observé d’effets non-linéaires à cette amplitude d’excitation. Il est possible que notre calcul ne soit pas assez précis étant donné qu’il ne prend pas en compte la géométrie du mode

de résonance. Il faudrait installer plusieurs transducteurs dans la cellule acoustique pour avoir accès à la forme du mode acoustique. Dans le cas des polycristaux, la forme du mode de résonance est également nécessaire pour déterminer la déformation maximale. Cependant, nous utiliserons une formule simplifiée :

$$\epsilon_{max} = \frac{\sigma_{max}}{\mu} \quad (3.45)$$

où μ est le module de cisaillement, on a par exemple, $\mu=150$ bar dans un polycristal à 33 bar d'après [11].

Une autre façon d'estimer la déformation maximum à la résonance dans le cristal est de faire l'approximation que le mode de résonance dans la cavité est une onde stationnaire transverse à 1D entre les deux faces des transducteurs émetteur et détecteur, espacés d'une distance L . On obtient ainsi :

$$\epsilon_{max} = \frac{\pi Q}{L} d_{15} U_0 \frac{A_{pzt}}{A_{cel}} \quad (3.46)$$

où Q est le facteur de qualité de la résonance, U_0 la tension appliquée au transducteur piézoélectrique, A_{pzt} est l'aire du transducteur piézoélectrique et A_{cel} est l'aire de la section de la cavité acoustique parallèle aux transducteurs piézoélectriques. Cette formule donne pour le cristal PurX4R :

$$\epsilon_{max} = \frac{\pi \times 1750}{4.10^{-3}} 78.10^{-12} \times 0.9.10^{-3} \times \frac{3.25.10^{-5}}{1.10^{-4}} \simeq 3.1.10^{-8} \quad (3.47)$$

Cette dernière estimation de la déformation maximum à la résonance donne un résultat 1 ordre de grandeur plus petit que le résultat calculé avec la précédente méthode. Nous utiliserons par la suite la première méthode qui nécessite moins d'approximations sur la forme du mode de résonance.

3.2.3 Seuil de non-linéarité en amplitude

Les mesures en amplitude réalisées sur des polycristaux d'hélium par Day *et al.* [122] ont montré que le seuil de non-linéarité de ces cristaux était très faible. Ils mesurent une déformation seuil $\epsilon_c \simeq 4.10^{-8}$ équivalente à une contrainte seuil $\sigma_c = \mu \cdot \epsilon_c \simeq 6 \mu\text{bar}$. Cette contrainte critique est en effet très faible, elle est par exemple plus faible que la contrainte de compression hydrostatique σ_{hyd} qui règne au bas d'un cristal d'hélium de hauteur $h=1$ cm, en équilibre avec le liquide, soumis à son propre poids.

$$\sigma_{hyd} = \rho_s g h \simeq 190 \times 9.8 \times 10^{-2} \simeq 186 \mu\text{Bar} \quad (3.48)$$

où ρ_s est la masse volumique du solide hélium et g la constante du champ de pesanteur. Les cristaux d'hélium sont donc très fragiles et une attention particulière doit être apportée à l'amplitude de la tension excitatrice appliquée au transducteur émetteur. Nous avons réalisé une étude en amplitude sur le monocristal X2 à 50 mK. La courbe de l'amplitude à la résonance $U_{mes}(\omega_0)$ divisée par la tension appliquée U_0 en fonction de la tension U_0 appliquée est présentée Fig. 3.15.

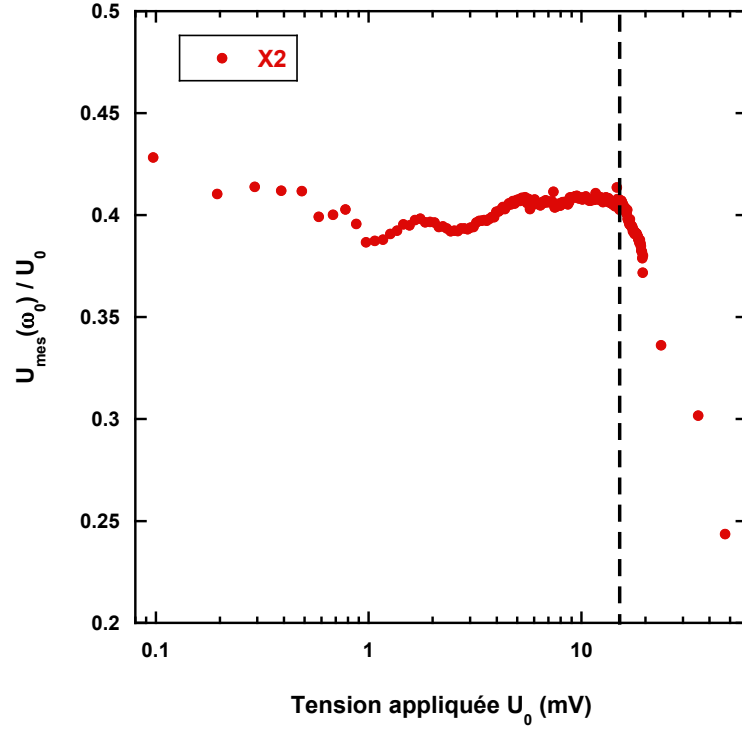


FIGURE 3.15 – Courbe de l’amplitude à la résonance $U_{mes}(\omega_0)$ divisée par la tension appliquée U_0 en fonction de la tension appliquée U_0 sur le monocristal X2 à 50 mK.

Tant que le système répond linéairement, le rapport $U_{mes}(\omega_0)/U_0$ doit rester constant quelle que soit l’amplitude de la tension appliquée. On observe qu’au delà d’une tension seuil $U_c \simeq 15\text{mV}$, le rapport $U_{mes}(\omega_0)/U_0$ chute brutalement, ce qui correspond à une signature de la non-linéarité du système. On peut calculer la contrainte seuil à partir de ce graphique, la contrainte maximum à la résonance se calcul à partir de l’amplitude de la tension mesurée à résonance $U_{mes}(\omega_0)$:

$$U_{mes}(\omega_0) \simeq 0.4 \times U_c \quad (3.49)$$

$$\simeq 0.4 \times 15 \cdot 10^{-3} \quad (3.50)$$

$$\simeq 6 \text{ mV} \quad (3.51)$$

et la contrainte max est donnée par :

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{15} \text{ G}} \simeq \frac{6 \cdot 10^{-3} \times \sqrt{2}}{2\pi \times 30 \cdot 10^3 \times 3.25 \cdot 10^{-5} \times 78 \cdot 10^{-12} \times 10^6} \simeq 178 \text{ } \mu\text{bar} \quad (3.52)$$

une contrainte bien supérieure de plus d’un ordre de grandeur à la contrainte seuil mesuré par Day *et al.* [122].

Une autre signature de la non-linéarité d’un oscillateur est le décalage de la fréquence de résonance à forte amplitude. Nous avons observé cet effet dans les mesures en amplitude sur différents cristaux et à différentes températures. Cette étude a été plus approfondi dans les mesures réalisées dans la cellule acoustique n°2.

Nous présentons Fig. 3.16 la fréquence de résonance du monocristal X2 en fonction de la tension appliquée U_0 .

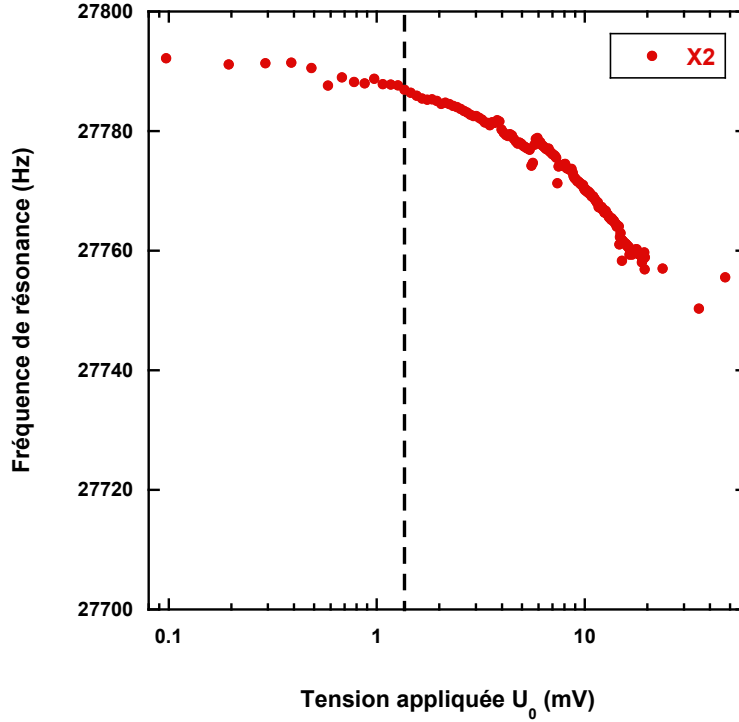


FIGURE 3.16 – Fréquence de résonance en fonction de la tension appliquée U_0 dans le monocristal X2 à 50 mK.

On observe sur ce graphique une tension seuil ($U_c \simeq 1.3$ mV) plus faible d'un facteur 10 par rapport à la tension seuil mesurée précédemment ($U_c \simeq 15$ mV). On en déduit que la signature de l'effet non-linéaire dans cet oscillateur apparaît d'abord dans la fréquence de résonance avant d'apparaître dans l'amplitude de la résonance. La contrainte seuil calculée à partir de la valeur de la tension seuil $U_c \simeq 1.3$ mV est :

$$\sigma_c \simeq 0.4 \times 1.3 \simeq 15 \mu\text{bar} \quad (3.53)$$

une contrainte du même ordre de grandeur que la contrainte de non-linéarité de $6 \mu\text{bar}$ mesurée par Day *et al.* [122]. Nous souhaitons réaliser nos études en température dans le régime linéaire, nous nous placerons donc par précaution à très faible amplitude ($U_0 < 1$ mV) pour réaliser toutes nos études en température. Le seuil de non-linéarité du résonateur dont nous parlons est différent du seuil d'irréversibilité qui apparaît à plus forte amplitude. Day *et al.* [122] ont observé des effets d'irréversibilité pour des contraintes de cisaillements supérieures à 7 mbar. Nous avons mesuré la résonance du monocristal X2 à 50 mK, avant et après l'application d'une forte tension dite "de cassage" sur le transducteur émetteur. Nous avons appliqué une tension de cassage, d'amplitude $U_{\text{cassage}} = 4$ V, à la fréquence de résonance $\omega = 27.74$ kHz pendant quelques minutes. Les deux courbes de résonance, avant et après l'application de cette tension de cassage, sont représentées Fig. 3.17.

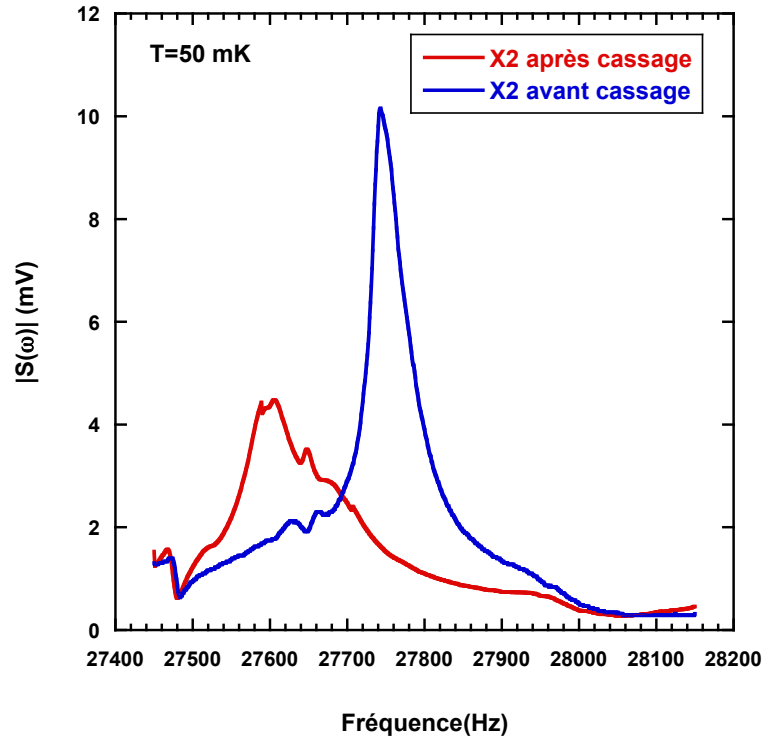


FIGURE 3.17 – Cassage du cristal X2 après passage par une forte tension d'excitation $U_{cassage}=4$ V.

On observe que cette tension de "cassage" a profondément modifié les propriétés du cristal X2. On pourrait à l'avenir envisager d'étudier la plasticité des cristaux, en créant des dislocations de cette manière. Nous donnons une étude plus détaillée des mesures en amplitude réalisées dans la cellule acoustique n°2 à la section 3.4.6.

3.2.4 Etude en température de polycristaux (300 et 0.4 ppb)

Dans un premier temps nous avons essayé de retrouver les résultats obtenus par le groupe de Beamish [123] sur les polycristaux. Pour cela nous avons fait croître des polycristaux dans notre cellule acoustique n°1 et étudié leur fréquence de résonance en fonction de la température. La tension appliquée ($U_0=0.9$ mV pk-pk) sur le transducteur émetteur était dans le régime linéaire du résonateur. Le polycristal PolyX3 a été fait à volume constant en partant du fluide normal, la cristallisation a commencé avec une pression initiale $P_{ini}=62$ bar et une température initiale $T_{ini}=2.58$ K. La cristallisation a duré 30 min et s'est terminée à une température finale $T_{fin}=1.95$ K, soit une pression finale $P_{fin}=36$ bar d'après Grilly *et al.* [124]. Le polycristal PolyX4 a été préparé par injection rapide de masse dans la cellule. La pression dans le piège était de 62 bar avant d'ouvrir la vanne qui isolait la quantité de matière contenue dans le piège de la cellule acoustique. Ces méthodes de croissance sont détaillées dans le chapitre 2.

On présente Fig. 3.18 l'écart en fréquence de résonance normalisé des cristaux

PolyX3 et PolyX4 en fonction de la température :

$$\Delta f_{norm}(T) = \frac{f(T) - f_{300mK}}{f_{max} - f_{300mK}} \quad (3.54)$$

Afin de comparer nos échantillons polycristallins avec ceux du groupe de Beamish, nous avons aussi représenté sur ce graphique la dépendance en température de l'écart en fréquence normalisé du signal à résonance (~ 8 kHz) d'un polycristal réalisé dans le groupe de Beamish et nommé pour l'occasion "PolyX". Ce cristal a été fait à volume constant et sa pression de fin de croissance a été de 33.3 bar. Cette croissance est similaire à celle du cristal PolyX3. Tous ces échantillons ont été préparé à partir d'une concentration naturelle en ³He (300 ppb).

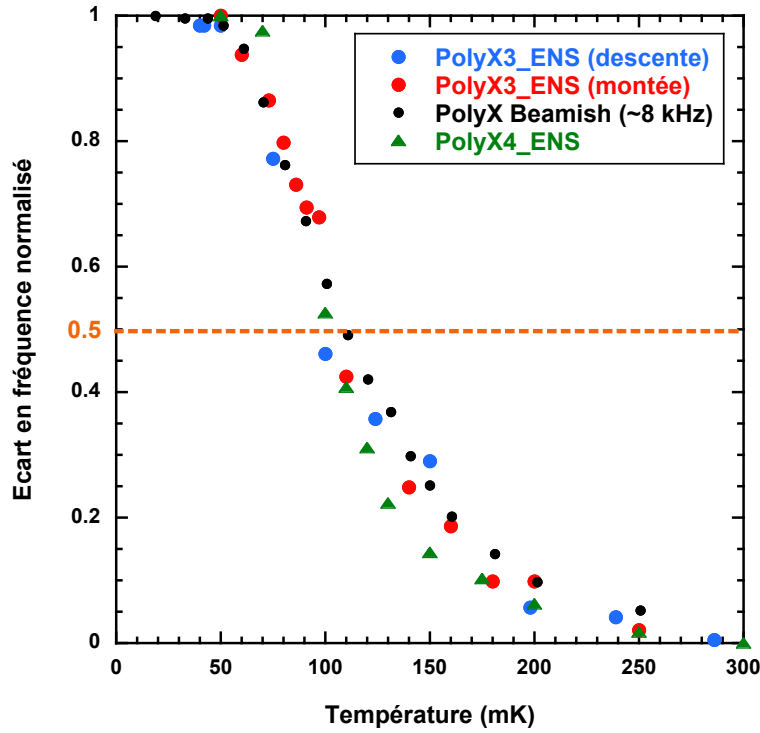


FIGURE 3.18 – Variation en température de l'écart de fréquence de résonance normalisé en fonction de la température pour différents polycristaux (voir texte).

Nous avons étudié l'écart de la fréquence de résonance normalisé du polycristal PolyX3 pour des montées et descentes en température. Nous n'observons pas Fig. 3.18 d'hysteresis entre la montée et la descente en température. On définit la température T_{50} comme la température de transition à laquelle l'écart en fréquence normalisé atteint 50% de sa variation totale en température. On observe Fig. 3.18 que tous ces polycristaux ont la même température de transition $T_{50} \sim 110$ mK. Les mesures de Syshchenko *et al.* [68] montrent que la température de transition T_{50} dépend de la fréquence f de la contrainte appliquée, de façon logarithmique :

$$T = \frac{-\Delta}{\log(f)} + K \quad (3.55)$$

où $\Delta \simeq 0.73$ K est une énergie d'activation thermique qui correspond à l'énergie caractéristique du piégeage d'une impureté ^3He sur une ligne de dislocation. K est un "offset" qui peut-être différent d'un cristal à l'autre. En extrapolant cette loi à la fréquence utilisée dans nos mesures (~ 25 kHz), on trouve que la température de transition devrait être différente d'environ 20 mK de celle mesurée par Syshchenko *et al.* dans leur polycristaux. Cependant l'offset K peut également contrebalancer cette différence de 20 mK. Les mesures que nous présentons sont donc cohérentes avec les résultats de mesure du groupe de Beamish dans des polycristaux faits à volume constant. Nous montrons également que les polycristaux faits à volume constant ou par injection rapide de masse ont la même température de transition $T_{50} \sim 110$ mK.

Par ailleurs, nous présentons Fig. 3.19 la variation totale de la fréquence de résonance des polycristaux PolyX3 et PolyX4.

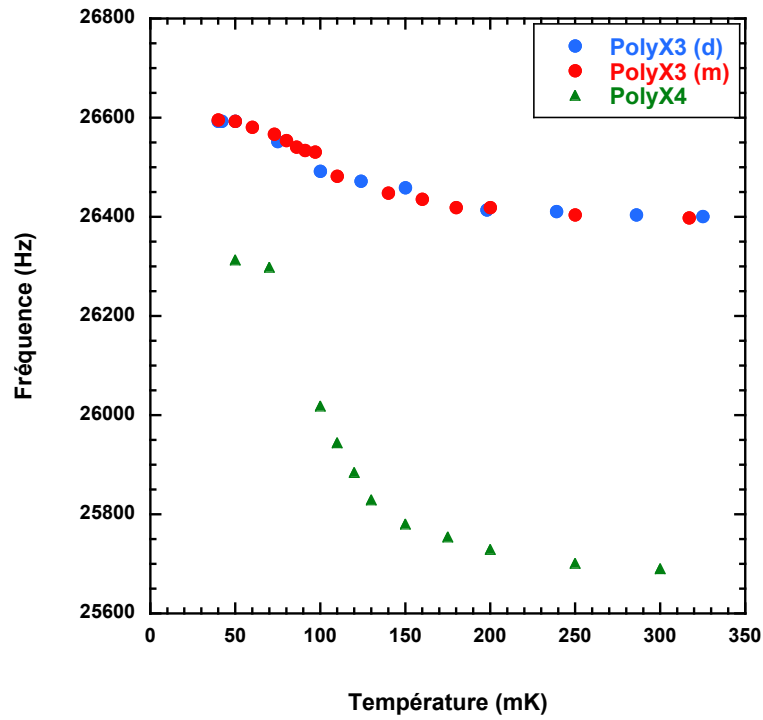


FIGURE 3.19 – Variation de la fréquence de résonance en température, des cristaux PolyX3 et PolyX4

On observe Fig. 3.19 que la variation totale de fréquence est assez différente entre PolyX3 (0.7 %) et PolyX4 (2.3 %). D'après le calcul numérique aux différences finies réalisé par H. J. Maris pour cette cellule acoustique, on a une relation entre la fréquence de résonance f et le module de cisaillement μ du polycristal qui s'écrit :

$$\frac{\delta f}{f} \simeq \alpha \frac{\delta \mu}{\mu} \quad (3.56)$$

avec $\alpha \simeq 0.3$ un paramètre calculé numériquement. La variation totale de fréquence mesurée correspond à une variation du module de cisaillement de 2.3 % pour le polycristal PolyX3 et de 7.7 % pour le polycristal PolyX4. Ce qui est aussi en

accord avec les variations observées dans le groupe de Beamish [44], comprises entre 1 et 20 %.

Nous avons également réalisé des échantillons polycristallins à partir d'une bouteille d'hélium 4 gazeux de concentration en ^3He de 0.4 ppb. Pour utiliser cette bouteille d'hélium 4 (0.4 ppb) après avoir utilisé une bouteille de pureté naturelle (300 ppb) des précautions s'imposent. Il faut réchauffer le cryostat à dilution à température ambiante et rincer plusieurs fois le capillaire de remplissage et la cellule afin d'enlever les éventuelles traces d'hélium 3 restantes. Dans notre cryostat nous avons utilisé deux capillaires différents dédiés à chaque concentration en ^3He , un pour la bouteille à 300 ppb et un autre pour la bouteille à 0.4 ppb. Nous présentons sur le même graphique Fig. 3.20, les résultats de l'écart de la fréquence de résonance normalisé en fonction de la température des polycristaux préparés à partir d'une concentration à 300 ppb et de ceux préparés à partir d'une concentration à 0.4 ppb. Nous avons également ajouté les mesures à résonance (~ 8 kHz) du groupe de Beamish, de deux polycristaux, l'un fait à partir d'une concentration à 300 ppb et l'autre à partir d'une concentration à 1 ppb.

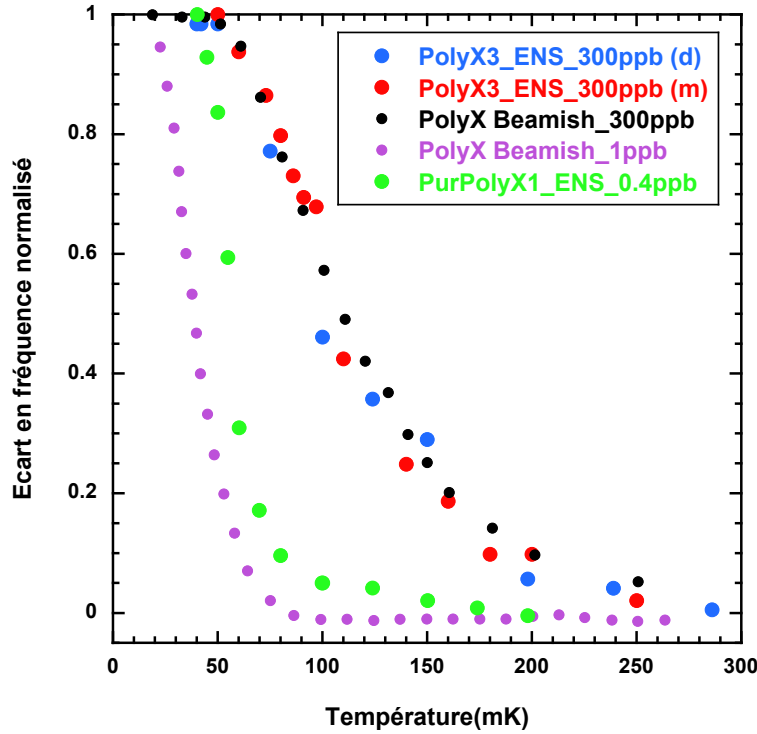


FIGURE 3.20 – Dépendance en température de l'écart de fréquence de résonance normalisé de polycristaux fait à partir de différentes concentrations en ^3He (300 et 0.4 ppb).

On observe Fig. 3.20 une température de transition plus basse dans les polycristaux préparés à partir d'une concentration en ^3He faible (0.4 ppb et 1 ppb) que dans les polycristaux préparés à partir d'une concentration à 300 ppb où $T_{50} \simeq 110$ mK. La température de transition est un peu plus élevée $T_{50} \simeq 60$ mK dans nos polycristaux à 0.4 ppb que dans les polycristaux du groupe de Beamish à 0.1 ppb où

$T_{50} \simeq 40$ mK. Cependant à cette époque la température mesurée par le thermomètre au carbone était certainement un peu plus élevée que la véritable température de la cellule car le thermomètre saturait à 35 mK (voir chapitre 2). Le tableau suivant récapitule les données sur les polycristaux que nous avons étudiés.

Cristal	^3He	T_{50}	Croissance	$f_{300\text{mK}}$	$f_{35\text{mK}}$	$\delta\mu/\mu$
PolyX2	300 ppb	100 mK	Vol. const. ¹	24.83 kHz	25.08 kHz	3.3 %
PolyX3	300 ppb	98 mK	Vol. const. ²	26.40 kHz	26.59 kHz	2.4 %
PolyX4	300 ppb	105 mK	Inj. rapide	25.72 kHz	26.32 kHz	7.6 %
PurPolyX1	0.4 ppb	60 mK	Inj. rapide	29.55 kHz	29.79 kHz	2.7 %

On conclut que nous retrouvons les résultats similaires à ceux obtenus avant nous par Day *et al.* [44] et par Mukharsky *et al.* [47] : le même ordre de grandeur de la variation du module de cisaillement (entre 1 et 20 %) ainsi que la même dépendance en fonction de la concentration ^3He de la température de transition T_{50} . Les résultats obtenus dans les polycristaux confirment que la méthode de mesure de la rigidité des cristaux d'hélium, dans notre cellule acoustique n°1, fonctionne.

3.2.5 Etude en température de monocristaux (300 et 0.4 ppb)

Nous décrivons dans cette section nos premières mesures acoustiques de monocristaux faits à partir du superfluide comme décrit dans le chapitre 2. Nous avons eu des difficultés à remplir complètement cette cellule acoustique n°1 avec un monocristal. En effet, le haut de cette cellule n'est pas suffisamment convexe pour permettre au cristal de la remplir entièrement avant que le capillaire de remplissage ne se bouche et il reste donc du liquide dans les coins (voir Fig. 3.21(a)). Lorsque nous avons tenté d'étudier ces monocristaux en équilibre avec du liquide dans les coins, les résultats étaient difficiles à interpréter. L'interface liquide-solide bougeant sans arrêt, il était difficile d'obtenir des mesures suffisamment stable. Nous avons donc eu l'idée de faire croître nos cristaux à plus haute température et de nous servir de la pente positive de la courbe de fusion $P_m(T)$ du diagramme de phase (P,T), entre la température du point triple liquide-bcc-hcp (1.464 K) et 0.8 K. Ainsi, en faisant croître un monocristal à partir du superfluide à une température de 1.45 K, en dessous de la température du point triple liquide-bcc-hcp (1.464 K) puis en refroidissant ensuite la cellule, on peut cristalliser tout le liquide si ce volume n'est pas trop important. On présente Fig. 3.21(b) une photographie prise à la fin de la cristallisation des poches liquides du monocristal "monoX6" à ~ 35 mK.

On observe sur la photographie Fig. 3.21(b) des petites taches blanches qui ne sont pas présentes sur la photographie Fig. 3.21(a). Ces taches correspondent à des petites gouttes liquides placées entre le cristal et la fenêtre de la cellule. C'est la réfraction de la lumière qui nous permet de les observer. Il reste donc du liquide en équilibre avec le solide à la fin du refroidissement. Nous avons montré au chapitre 2 l'importance de la présence de liquide dans la cellule pour la pureté du cristal. Nous

1. passage par la région bcc, $P_{ini}=57$ bar

2. $P_{ini}=62$ bar



(a) Fin de la croissance de monoX6 à 1.45 K.



(b) Fin de la cristallisation des poches liquides de monoX6 ~ 35 mK.

FIGURE 3.21 – Préparation du monocristal monoX6.

montrons par la suite que nos résultats sont cohérents avec l'idée que ces cristaux en équilibre avec le liquide sont en effet très purs.

Pendant la cristallisation du liquide, le cristal subit des contraintes. On peut estimer l'ordre de grandeur de ces contraintes à partir des mesures de la pression de solidification de E. R. Grilly [125]. Si le cristal suit la courbe de fusion entre 1.45 et 0.8 K alors il subit des contraintes de l'ordre de 1 bar. Une contrainte plus de 100 fois plus grande que la contrainte d'irréversibilité (~ 7 mbar) mesurée par Day *et al.* [122]. Après ce type de cycle en température, nous avons constaté que l'orientation cristalline était conservée cependant les contraintes de pression subies altèrent certainement la qualité du monocristal, par exemple en créant des dislocations. Nous avons constaté qu'en refroidissant le cristal trop rapidement, ce dernier pouvait casser sous la contrainte. Dans le but d'obtenir des résultats reproductibles nous n'avons pas étudié ces cristaux qui ont cassé en cours de refroidissement. Par ailleurs, il y a aussi des précautions à prendre quant à la manière dont on refroidit la cellule. En mettant en marche le pot 1K, on refroidit la partie du capillaire thermalisée sur le pot 1K ce qui fait croître un cristal à ce niveau là. On crée ainsi une dépression dans le capillaire de remplissage entre l'orifice du capillaire situé au haut de la cellule et le bouchon situé au niveau du pot 1K. Cette dépression, si elle est trop forte peut faire fondre le haut du cristal dans la cellule et faire avorter la cristallisation des régions liquides. Pour empêcher cet effet, il faut refroidir la cellule en maintenant le pot 1K à une température légèrement supérieure de celle de la cellule. Ce qu'on peut faire en mettant en marche le pompage du pot 1K de façon intermittente en maintenant sa pression de vapeur à quelques dizaines de milibars.

Nous avons étudié la dépendance en température de la fréquence de résonance de monocristaux en utilisant deux concentrations nominale en ^3He différentes (300 ppb et 0.4 ppb). Cette concentration nominale correspond à la concentration en ^3He dans le liquide ^4He avant la croissance du cristal. La croissance des monocristaux se faisant à 1.45 K, la concentration en ^3He dans le cristal après la croissance est

la même que dans le liquide (cf. chapitre 2). Cependant après le refroidissement, à basse température s'il reste des gouttes liquides, les impuretés ^3He migrent dans le liquide où leur concentration d'équilibre est plus grande. Ainsi la concentration en ^3He du cristal sera plus faible que la concentration nominale de la bouteille d'hélium 4 gazeux. Nous présentons la façon dont on a préparé nos échantillons. La notation où l'on rajoute un "R" après le nom signifie que le cristal a été préparé comme les autres à environ 1.40 K mais qu'il a subi un autre cycle en température à 1.45 K dans le but d'éliminer le liquide présent. Les monocristaux faits à partir d'une concentration en ^3He dans le liquide de 300 ppb sont : le cristal MonoX1 préparé à 1.45 K (en ~ 1 min), le cristal MonoX1R qui est le cristal MonoX1 ayant subi un second cycle en température à 1.45 K (voir Fig. 3.22) et le cristal MonoX6 préparé à 1.45 K (en ~ 10 min). Les cristaux préparés à partir d'une concentration en ^3He

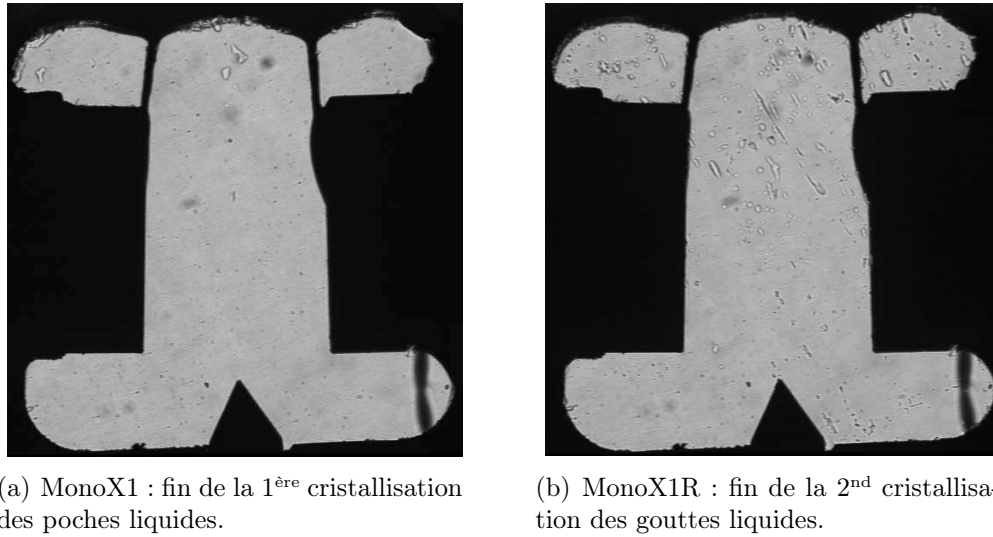
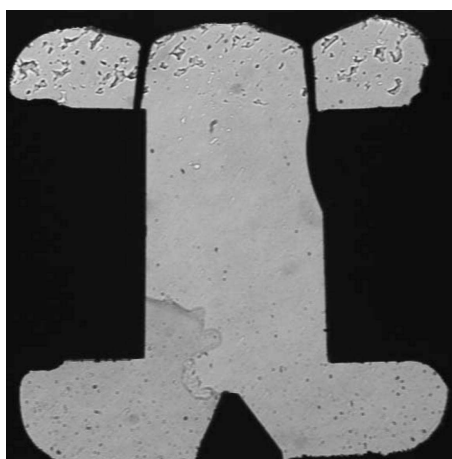


FIGURE 3.22 – Tentative de recristallisation des gouttes liquides de MonoX1. Le cristal MonoX1R contient cependant encore des gouttes liquides.

dans le liquide de 0.4 ppb sont : le cristal PurMonoX4R, réalisé à 1.40 K (en 10 min) et les cristaux PurMonoX6 préparé à 1.45 K (en 10 min) et PurMonoX6R. On présente Fig. 3.23 les photographies des cristaux PurMonoX4 et PurMonoX6 après la première cristallisation et après la deuxième cristallisation (du liquide restant). Les fréquences de résonances ainsi que les températures de transition T_{50} de ces monocristaux sont regroupées dans le tableau suivant :

Cristal	^3He	T_{50}	$f_{300\text{mK}}$	$f_{35\text{mK}}$	$\delta\mu/\mu$
MonoX1	300 ppb	41 mK	25.98 kHz	26.03 kHz	0.6 %
MonoX1R	300 ppb	42 mK	27.74 kHz	27.80 kHz	0.7 %
MonoX6	300 ppb	60 mK	27.07 kHz	27.27 kHz	2.4 %
PurMonoX4R	0.4 ppb	52 mK	30.67 kHz	31.59 kHz	9.7 %
PurMonoX6	0.4 ppb	37 mK	29.22 kHz	29.46 kHz	2.7 %
PurMonoX6R	0.4 ppb	37 mK	31.80 kHz	32.25 kHz	4.7 %



(a) PurMonoX4 : fin de la 1^{ère} cristallisation des poches liquides.



(b) PurMonoX4R : Fin de la 2nd cristallisation des poches liquides.



(c) PurMonoX6 : Fin de la 1^{ère} cristallisation des poches liquides.



(d) PurMonoX6R : fin de la 2nd cristallisation des poches liquides.

FIGURE 3.23 – Cristallisation des poches liquides des monocristaux PurMonoX4 et PurMonoX6.

Les fréquences de résonance ainsi que leur variation en température sont assez différentes. Afin de les comparer, nous présentons sur le graphique Fig. 3.24 la dépendance en température de l'écart en fréquence de résonance normalisé de tous ces cristaux. Le point important de ces résultats est que l'on n'observe pas de différence significative entre les monocristaux et les polycristaux en ce qui concerne la dépendance en température de l'augmentation de la rigidité à basse température. Tout se passe comme si la présence de joints de grains dans les polycristaux ne jouait pas de rôle important. Ce résultat nous a donc incité à interpréter l'augmentation de rigidité en terme de piégeage de dislocation plutôt qu'en invoquant les joints de grain. On observe Fig. 3.24 que la température de transition (entre 40 et 60 mK) des monocristaux préparés à partir d'une concentration en ^3He de 300 ppb (MonoX1, MonoX1R et MonoX6) est plus basse que celle du polycristal PolyX3 préparés à partir de la même concentration en ^3He . Ces monocristaux sont en équilibre avec

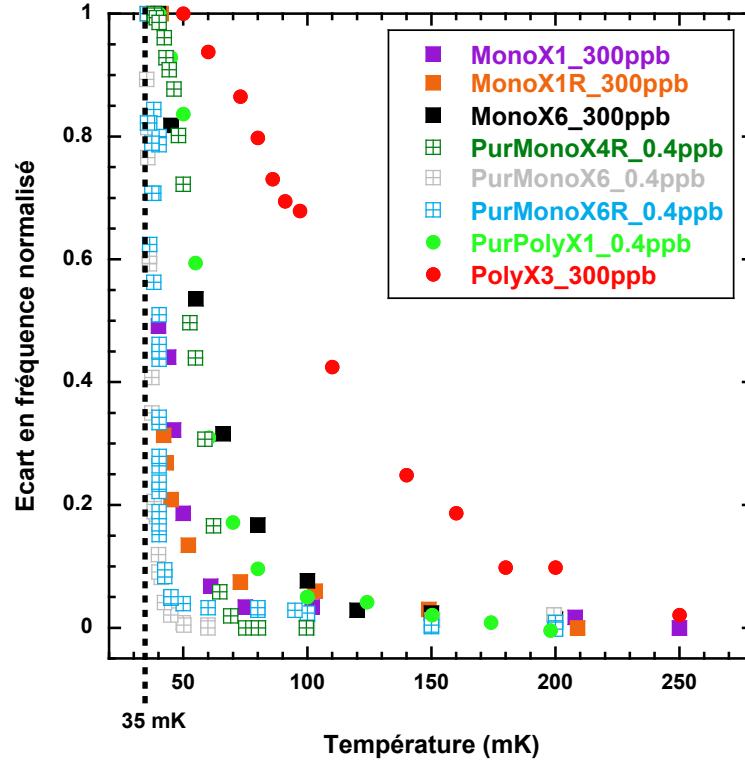


FIGURE 3.24 – Ecart en fréquence de résonance normalisé des monocristaux et des polycristaux à 300 et 0.4 ppb en fonction de la température.

des gouttes liquides, visibles sur les photographies Fig. 3.21(b) et Fig. 3.22. D'après les résultats du calcul de la concentration en ^3He dans le solide et dans le liquide à basse température du chapitre 2, la concentration en ^3He dans ces monocristaux doit être inférieure à celle, par exemple, du polycristal PolyX3 qui n'est pas en équilibre avec du liquide. En ne considérant pas les dislocations dans le calcul thermodynamique de la concentration en ^3He dans le solide. On calcule que dans le cas d'un cristal de volume 1 cm^3 en contact avec une goutte de liquide de volume 1 mm^3 et à partir d'une concentration en ^3He initiale de 300 ppb, la concentration dans le solide X_3^h est inférieure à 10^{-15} à 40 mK. Cette concentration X_3^h est encore plus faible si le volume de la goutte liquide est plus grand. Par ailleurs, on sait maintenant que la température de la cellule était à l'époque certainement inférieure à 35 mK. Le calcul de la concentration en ^3He donnerait une concentration encore plus faible à plus basse température. Si la température de transition est plus haute à plus forte concentration en ^3He (voir chapitre 1). Le calcul précédent explique pourquoi la température de transition est plus basse dans les monocristaux en équilibre avec le liquide préparés à partir d'une concentration en ^3He de 300 ppb que dans les polycristaux préparés avec la même concentration en ^3He . On comprend aussi que les monocristaux PurMonoX4R, PurMonoX6 et PurMonoX6R, faits à partir d'une concentration en ^3He de 0.4 ppb ont une température de transition plus basse que celle du polycristal PurPolyX1 pour les mêmes raisons.

Bien qu'il n'y ait pas de gouttes liquides apparentes sur la photographie du cristal

PurMonoX6R Fig. 3.23(d) il est possible qu'il reste du liquide dans la cellule. En effet, il y a de petites fentes dans la cellule, notamment sous la lame de laiton présente au milieu en bas de la cavité, où le cristal ne peut croître et où il peut rester du liquide. Cela explique que la température de transition du monocristal PurMonoX6R soit si basse. En ce qui concerne l'allure très abrupte de l'augmentation de la rigidité à 35 mK. Nous pensons maintenant que cela provient d'un artefact sur la mesure de la température du thermomètre carbone qui, à l'époque, saturait à 35 mK.

3.2.6 Couplage aux modes de résonance de la cellule en cuivre

Nous présentons Fig. 3.25 les spectres en fréquence centrés sur le premier mode de résonance du monocristal PurMonoX4R, mesurés à différentes températures entre 100 et 36 mK. On observe Fig. 3.25 que l'amplitude du pic de résonance dépend de

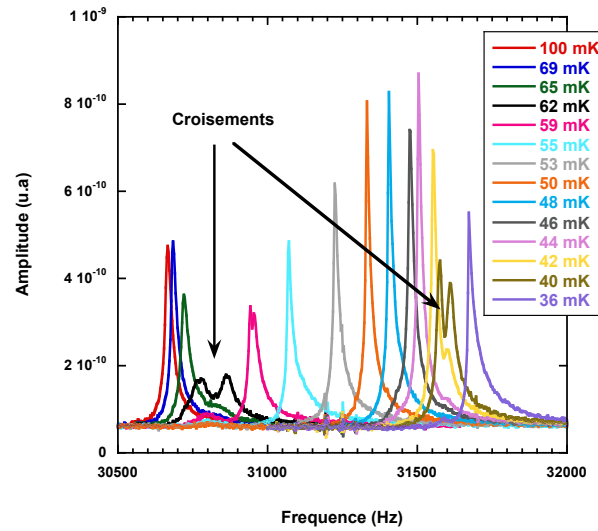


FIGURE 3.25 – Spectres en fréquence du cristal PurMonoXR4, mesurés à différentes températures entre 100 et 36 mK.

la fréquence et qu'à deux fréquences en particulier, le pic de résonance du cristal se dédouble. Nous avons montré à la section 3.1.4 que le signal mesuré était la somme du signal provenant de la résonance dans le cristal d'hélium et d'un "Pick-up" mécanique et électromagnétique. Nous avons aussi fait remarquer que la phase du "Pick-up" mécanique pouvait dépendre de la fréquence utilisée, notamment à une fréquence proche d'une fréquence de résonance de la plaque de cuivre. On comprend que si la phase du "Pick-up" mécanique change, l'amplitude et la forme du pic de résonance dans l'hélium change aussi. On interprète donc le dédoublement du pic de résonance dans le cristal comme un croisement avec un mode de la plaque en cuivre. Lors de l'étude des transducteurs (cavité vide) entre 1 et 100 kHz nous avons observé des pics de résonance à des fréquences supérieures à 40 kHz. Ces pics correspondent à des modes de résonance que nous sommes capables d'exciter et de détecter avec les transducteurs piézoélectriques lorsque la cavité est vide. On

constate qu'il y a des modes qu'on ne peut pas détecter de cette manière et que l'on observe seulement lorsqu'on étudie la résonance de l'hélium.

Suite à ces observations nous avons fait un calcul numérique aux éléments finis des modes de résonance de la plaque en cuivre avec les brides en inox et les fenêtres en saphir, on présente les trois premiers modes de résonance Fig. 3.26. Ces calculs sont faits pour la cellule acoustique n°2 qui sera présentée à la section suivante mais le principe est le même, seules les fréquences de résonance sont quelque peu différentes. Les modes de résonance de l'hélium (~ 30 kHz) peuvent donc se coupler à

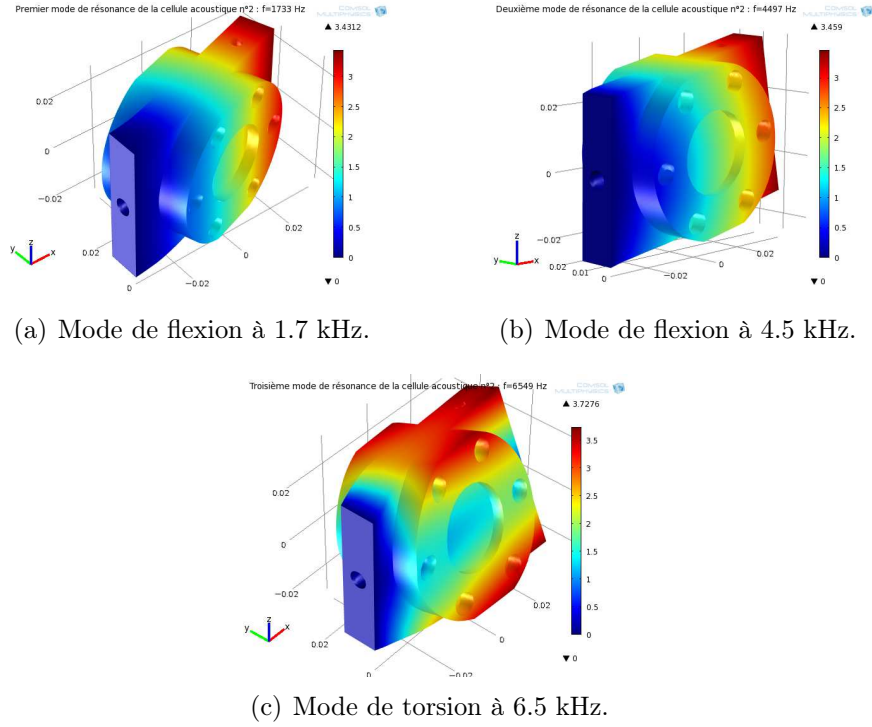


FIGURE 3.26 – Modes de résonance de cellule expérimentale.

des harmoniques de ces modes de basse fréquence, ce qui explique le dédoublement du pic que l'on observe Fig. 3.25. À l'avenir, il faudra construire une cellule expérimentale ayant une géométrie permettant de repousser à plus haute fréquence les modes de résonance du cuivre pour s'affranchir de ces effets. Le "pick-up" mécanique sera indépendant de la fréquence et on pourra ainsi étudier l'amplitude du pic de résonance de l'hélium convenablement.

3.2.7 Résumé et conclusion

Dans cette cellule acoustique n°1, nous avons réalisé nos premières expériences de résonance acoustique sur des polycristaux et des monocristaux ^4He de différentes puretés en ^3He . Nous nous sommes heurtés à un problème lors de la croissance de monocristaux à basse température. Le ménisque de l'interface liquide-solide bouchait l'orifice du capillaire de remplissage ce qui ne permettait pas de remplir la cellule entièrement avec le monocristal. Nous avons cependant trouvé un moyen d'étudier des

monocristaux en les préparant à plus haute température. Nos résultats ne montrent pas de différences significatives entre les monocristaux et les polycristaux en ce qui concerne la dépendance en température de l'augmentation du module de cisaillement à basse température. Mais on verra plus tard que l'amplitude de la variation de rigidité peut être beaucoup plus grande dans des monocristaux de haute qualité. Par ailleurs nos résultats ont montré que la présence de liquide dans la cellule diminue considérablement la concentration en ^3He dans le cristal ^4He . Suite à ces résultats encourageants nous avons réalisé une deuxième cellule acoustique qui nous a permis d'étudier des monocristaux ultrapurs et de très grande qualité cristalline.

3.3 Dispositif expérimental : cellule acoustique n°2

3.3.1 Construction de la cellule

La cavité de la cellule acoustique n°2 est un trou rectangulaire $12.13 \times 17.66 \text{ mm}^2$ fait dans une plaque en cuivre de 11.10 mm d'épaisseur. Ces longueurs ont été mesurées avec une incertitude de 0.02 mm. Dans les coins supérieurs gauche et droit de la cavité un arrondi de 2 mm de rayon est réalisé sur toute l'épaisseur de la plaque. La cavité acoustique est fermée en serrant, sur les deux cotés de la plaque, deux fenêtres en saphir (diamètre 25 mm et épaisseur 5 mm) avec deux brides en inox. L'étanchéité est assurée par un joint d'indium. L'espace entre la fenêtre et la plaque en cuivre une fois que le joint d'indium est écrasé est de 0.05 mm. Le trou rectangulaire est penché de 30° dans le plan de la plaque en cuivre et la plaque elle même est penchée de 3.7° dans le plan défini par la verticale et l'axe perpendiculaire au plan de la plaque. De sorte que l'orifice du capillaire de remplissage ($\phi_{int} = 0.1 \text{ mm}$) débouchant dans le coin supérieur gauche de la cavité acoustique soit le point le plus haut (voir la photographie Fig. 3.27). Cet angle de 3.7° est l'angle maximum d'inclinaison de la plaque en cuivre compte tenu de la nature de l'accès optique à travers les fenêtres des écrans thermiques du cryostat. Un angle plus grand ne permettrait pas de voir l'intégralité de la cavité. Cette inclinaison de la cellule avait pour but de permettre si possible à la croissance de monocristaux de se faire entièrement, sans qu'il ne reste de poches liquides dans la cavité à la fin de la croissance. Par ailleurs, nous avons constaté que la croissance des monocristaux ne se faisait pas de manière régulière près des transducteurs de la cellule acoustique n°1. Elle était gênée par la présence d'angles droits dans la cavité. Nous avons remédié à ce problème en installant dans cette cellule acoustique n°2 les transducteurs piézoélectriques dans une petite plaque en cuivre d'épaisseur 2.25 mm, rentrée à force dans le fond de la cavité acoustique. Cette petite plaque n'est pas parfaitement posée dans le fond du trou et l'épaisseur de la fente sous la plaque n'est pas exactement la même partout ($0.14 \pm 0.02 \text{ mm}$). Par précaution, pour ne pas risquer d'abimer la fenêtre en l'écrasant sur cette petite plaque supplémentaire, la largeur de celle-ci est inférieure à l'épaisseur de la plaque en cuivre de 1 à 2 centièmes de millimètres. Le collage des électrodes (diamètre 4 mm, hauteur 0.5 mm) sur les transducteurs est analogue à celui de la cellule acoustique n°1 (voir schéma Fig. 3.28). Les transducteurs piézoélectriques PZT C5500 de chez Channel

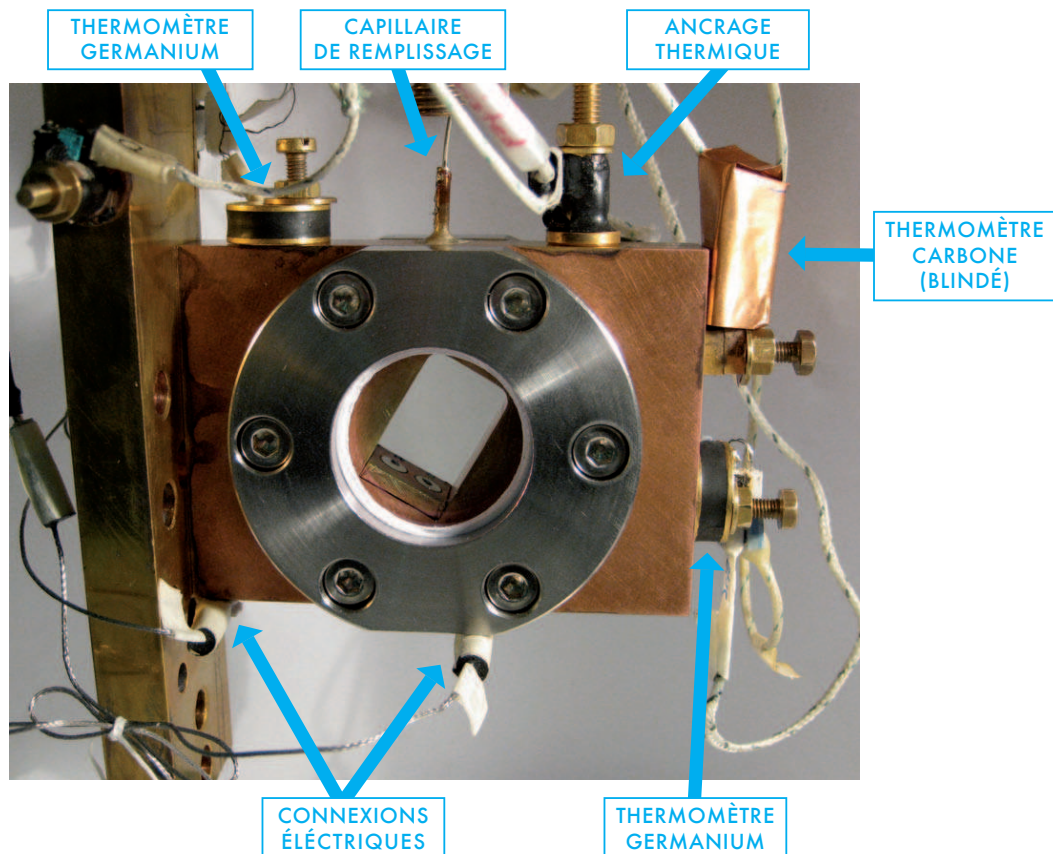


FIGURE 3.27 – Photographie de la cellule acoustique n°2 mise en place dans le cryostat.

Industries, deux céramiques cylindriques (diamètre 4.07 mm, hauteur 1 mm) sont installées dans les deux trous cylindriques (diamètre 2 mm, hauteur 1.75 mm) de la petite plaque en cuivre. La face où se trouve l'électrode est collée au fond du trou avec du Stycast[®] 2850-FT, deux petites feuilles de papier à cigarette sont placées sous chacune des céramiques pour l'isolation électrique. Un petit ruban de papier à cigarette de 1 mm de largeur entoure chaque céramique pour assurer le centrage de celles-ci. Les fils électriques des électrodes (diamètre 0.2 mm) traversent la petite plaque en cuivre en passant dans des trous (diamètre 1 mm, hauteur 0.5 mm). Ils traversent ensuite une partie de la cellule dans des trous (diamètre 1 mm) percés, avant de déboucher sur le bas de la plaque en cuivre. Les fils sont ensuite soudés sur deux petites prises collées au Stycast[®] 2850-FT sur la plaque en cuivre. Pour assurer l'étanchéité aux superfuites, du Stycast[®] 2850-FT est coulé dans les trous des fils électriques, l'espace sous la petite plaque de cuivre permet à l'air de passer et donc au Stycast[®] 2850-FT de couler tout du long. Le contact à la masse de la face supérieure du transducteur est, quant à lui, réalisé avec un petit fil collé à la laque Ag et avec le minimum de Stycast[®] 2850-FT possible afin de conserver une surface au fond de la cavité acoustique la plus plane possible.

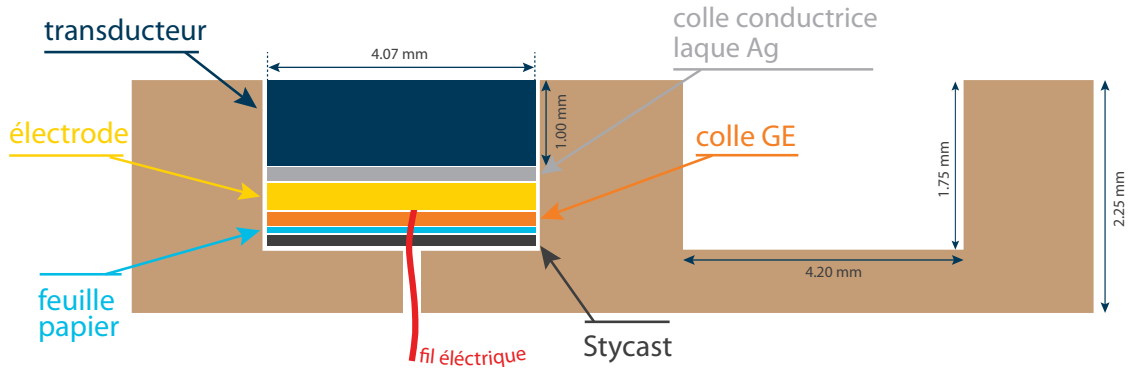


FIGURE 3.28 – Schéma du montage d'un transducteur piézoélectrique dans la petite plaque en cuivre présente dans le fond de la cavité de la cellule acoustique n°2.

3.3.1.1 Présence de liquide dans la cellule

Dans cette cellule acoustique n°2, nous avons préparé uniquement des monocristaux à partir du superfluide avec une concentration nominale en ³He de 0.4 ppb. Lorsqu'on fait croître un monocristal dans la cavité, de petites fentes peuvent rester liquides ce que nous avons décrit au chapitre 2. Pour cette cellule acoustique n°2, nous pouvons calculer ce volume de liquide qui est la somme de 4 contributions :

- V_{liq1} : volume sous la petite plaque en cuivre.
- V_{liq2} : volume entre la fenêtre en saphir et la petite plaque en cuivre qui contient les transducteurs, située dans le fond de la cavité, l'espace entre les deux est de 0.05 mm.
- V_{liq3} : volume autour des transducteurs piézoélectriques.
- V_{liq4} : volume entre la fenêtre en saphir et la paroi de la plaque en cuivre, l'espace entre les deux est de 0.05 mm. Le joint d'indium assurant l'étanchéité de la cavité est placé dans une gorge de 29 mm de diamètre autour de la cellule.

$$V_{liq1} = 12.13 \times 11.1 \times 0.16 \simeq 21.5 \text{ mm}^3$$

$$V_{liq2} = 2 \times (12.13 \times 0.05 \times 2.25) \simeq 2.7 \text{ mm}^3$$

$$V_{liq3} = 2 \times (\pi(0.065)^2 + 2\pi \times 2.035 \times 0.065) \simeq 1.7 \text{ mm}^3$$

$$V_{liq4} = 2 \times (\pi(29/2)^2 - (20 \times 12.13 - 2^2(1 - \pi/4)) \times 0.05) \simeq 42.5 \text{ mm}^3$$

$$V_{liq} = V_{liq1} + V_{liq2} + V_{liq3} + V_{liq4} \simeq 68.5 \text{ mm}^3$$

On peut aussi calculer le volume de solide V_{sol} dans la cavité :

$$V_{sol} = 12.13 \times 11.1 \times 17.66 - 2^2(1 - \pi/4) \times 11.1 \simeq 2368.3 \text{ mm}^3 \quad (3.57)$$

soit un volume total :

$$V_t = V_{liq} + V_{sol} \simeq 2436.7 \text{ mm}^3 \quad (3.58)$$

L'incertitude sur le calcul de ces volumes (0.06 mm³) provient de la mesure de certaines dimensions dans la cellule. Nous utiliserons ces résultats pour calculer la

véritable concentration en ^3He dans les cristaux d'hélium ^4He étudiés dans la suite. Nous donnons également l'aire A_{ls} de l'interface liquide-solide dans cette cellule. La contribution dominante est celle de l'interface avec le solide, du liquide présent sous la fenêtre en saphir de la cellule :

$$A_{ls} = 2 \times 0.05 \times 2(12.13 + 17.66) \simeq 6 \text{ mm}^2 \quad (3.59)$$

Nous utiliserons ce résultat dans le calcul du temps qu'une impureté ^3He met pour fuir depuis le solide vers le liquide.

3.3.2 Caractérisation des transducteurs piézoélectriques

Les transducteurs piézoélectriques utilisés sont des céramiques PZT C5500 cylindriques (diamètre 4.07 mm, hauteur 1.00 mm), de Channel Industries. Les capacités électriques des céramiques une fois installées dans la cellule sont 195 pF pour la céramique de gauche (A) et 181 pF pour la céramique de droite (B), à température ambiante. Le mode fondamental de ces céramiques étant données leurs dimensions est un mode d'extension radiale à 495 kHz à 300 K d'après le fabricant. Étant donné que nous utiliserons les céramiques à basse fréquence (~ 20 kHz) devant la fréquence du fondamental (~ 495 kHz), la déformation de la céramique piézoélectrique sera principalement liée à ce mode d'extension radiale. Le volume de la céramique étant pris constant à basse fréquence d'excitation, l'extension radiale correspond à une déformation longitudinale dans l'épaisseur ($e=1$ mm) de la céramique.

Nous avons mesuré la caractéristique électrique de ces céramiques à 300 K et à 0.1 K en utilisant le même montage que celui décrit pour les transducteurs de la cellule acoustique n°1 (voir Fig. 3.8) avec une même tension d'excitation (100 mV). Le graphique du logarithme du module de l'impédance en fonction de la fréquence (entre 0 et 800 kHz) est présenté Fig. 3.29.

À 300 K, on observe une fréquence de résonance du mode fondamental proche de celle donnée par le constructeur, $f_m = 500$ kHz pour la céramique A et $f_m = 540$ kHz pour la céramique B signe que le montage est bon. À 0.1 K, on observe une augmentation de cette fréquence de résonance ainsi qu'une diminution de l'amplitude de la résonance due à la variation en température des constantes piézoélectriques. Nous utiliserons ces céramiques à basse fréquence (~ 20 kHz) devant la fréquence du mode fondamental. Dans ce régime, l'application d'une tension $U(t) = U_0 \exp(i\omega t)$ à la fréquence ω génère à la fois un déplacement dans la direction radiale de la céramique :

$$\delta d(t) = \frac{d_{31}}{e} U(t) \quad (3.60)$$

et un déplacement longitudinal dans la direction de polarisation de la céramique, c'est-à-dire en épaisseur.

$$\delta e(t) = d_{33} U(t) \quad (3.61)$$

avec $d=4.07$ mm est le diamètre de la céramique, $d_{31} = -185.10^{-12}$ m/V à 300 K et $d_{33} = 400.10^{-12}$ m/V à 300 K des constantes piézoélectriques et $e=1$ mm l'épaisseur de la céramique.

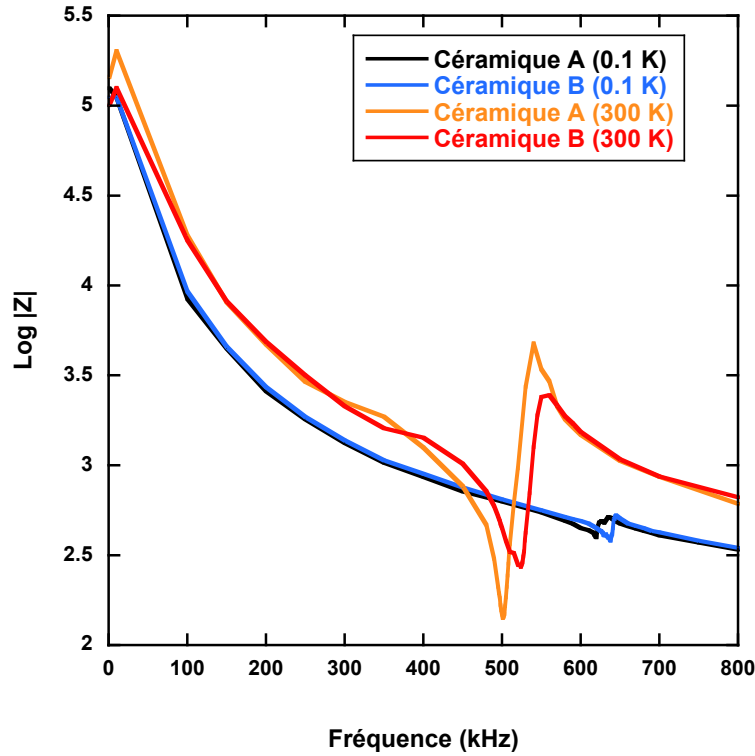


FIGURE 3.29 – Caractéristiques électriques des céramiques piézoélectriques à 300 K et 0.1 K.

3.3.3 Mesure des modes de résonance dans la cellule acoustique n°2

Nous présentons le montage électrique utilisé pour la mesure des modes de résonance dans la cavité Fig. 3.30. Il s'agit du même montage électrique que pour les expériences de la cellule acoustique n°1 donné dans la section 3.1.4, seuls les transducteurs piézoélectriques sont différents. Lorsqu'on applique une tension $U(t)$ au transducteur émetteur, on génère un déplacement dans la direction radiale de la céramique $\delta d(t)$ et un déplacement longitudinal $\delta e(t)$ dans la direction de polarisation des céramiques, c'est-à-dire l'épaisseur. Nous réalisons un balayage en fréquence de la tension appliquée et mesurons la réponse sur le transducteur détecteur. Les déplacements du transducteur émetteur, quels qu'ils soient, permettent d'exciter les modes propres de la cavité lorsque la tension appliquée est à la fréquence de résonance de ces modes propres. Le signal que l'on mesure avec le transducteur détecteur est proportionnel à la contrainte qu'il subit. Cette contrainte dépend de la forme du mode de résonance de la cavité. Une simulation numérique du mode fondamental étudié, montre que l'essentielle de la contrainte reçue par la céramique est une contrainte de compression longitudinale dans la direction de l'épaisseur de la céramique (selon l'axe 3), c'est à dire σ_{33} .

$$q = \sigma_{33} d_{33} A_{pzt} \quad (3.62)$$

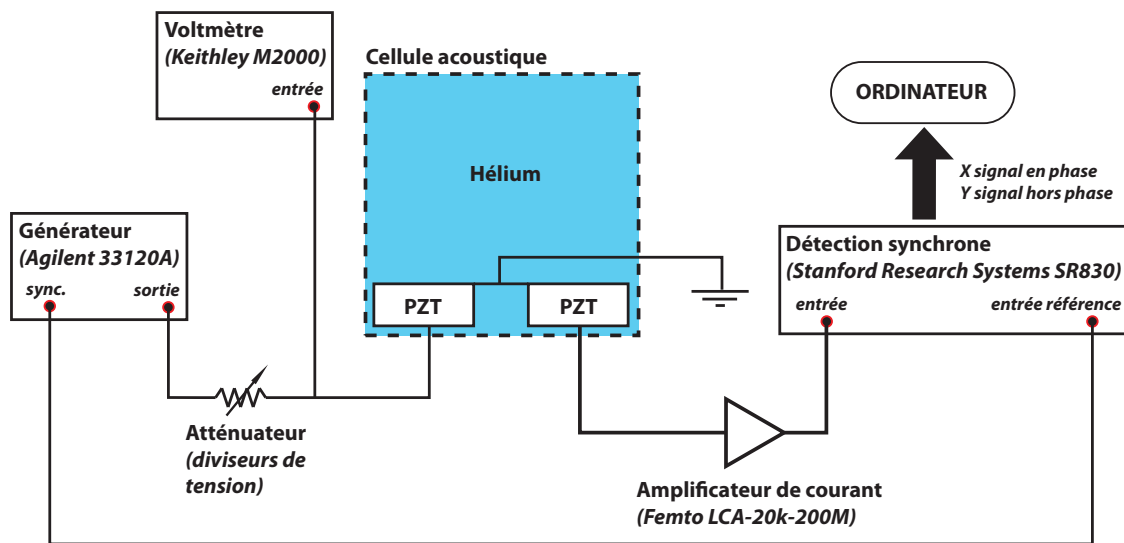


FIGURE 3.30 – Schéma du circuit de mesure pour la détection des modes de résonance dans la cavité.

où $A_{pz} = 13.01 \text{ mm}^2$ est l'aire de la face avant des transducteurs et d_{33} la constante piézoélectrique associée à la contrainte σ_{33} . Nous supposons que la valeur de d_{33} est diminuée d'un facteur 5 à basse température comme cela était le cas pour d_{15} dans la cellule acoustique n°1. C'est-à-dire, $d_{33} \simeq 80.10^{-12} \text{ m/V}$ à 4 K. Il est à noter que le transducteur est collé dans le fond de son emplacement (voir Fig.3.28). Cet encastrement du transducteur piézoélectrique limite son extension radiale et ainsi la valeur effective du coefficient d_{33} qui doit être plus faible que celle donnée précédemment. Une mesure précise des coefficients piézoélectriques des transducteurs in situ et à basse température serait intéressante. On pourrait, par exemple mesurer le déplacement longitudinale du transducteur avec une méthode d'interférométrie. Nous utiliserons dans la suite un ordre de grandeur pour ce coefficient d_{33} . La tension à la sortie du pré-amplificateur est, après transformation de Fourier temporelle, donnée par :

$$U_{mes}(\omega) = i\omega A_{pzt} d_{33} \text{ G } \sigma_{mou}^{det}(\omega) \quad (3.63)$$

où $G=2 \times 10^8$ est le gain du pré-amplificateur de courant (Femto LCA-20k-200M) de bande passante 20 kHz et de bruit en courant $14 \text{ fA}/\sqrt{Hz}$. Ce pré-amplificateur de courant ultra bas-bruit nous a permis de mesurer des courants plus faibles qu'auparavant, nous permettant ainsi d'étudier les monocristaux avec des amplitudes du champ acoustiques plus faible. Le véritable signal mesuré par la détection synchrone $S(\omega)$ est la somme du signal $U_{mes}(\omega)$ et d'un "pick-up" P

$$S(\omega) = U_{mes}(\omega) + P \quad (3.64)$$

La suite du traitement du signal est la même que celui de la cellule acoustique n°1 (voir équations 3.23 à 3.31). La contrainte maximale dans le cristal est définie par :

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{33} G} \quad (3.65)$$

où $U_{mes}(\omega_0)$ est l'amplitude de la résonance

3.4 Résultats : cellule acoustique n°2

Dans cette section, nous présentons les résultats obtenus dans la cellule acoustique n°2. Il est important de préciser dès maintenant que lors de l'utilisation de cette cellule nous avons fait des progrès en thermométrie (cf. chapitre 2) et que la température la plus basse que nous pouvions mesurer était de 18.8 mK. Dans la cellule acoustique n°2 tous nos échantillons cristallins sont réalisés à partir d'hélium 4 ultra pur à 0.4 ppb en ^3He . Nous avons utilisé une méthode pour étudier des monocristaux de même orientation ayant des qualités cristallines et des concentrations en ^3He différentes. Nous montrons rapidement que la méthode de mesure fonctionne puis nous présentons dans le détail les résultats obtenus sur ces derniers échantillons.

3.4.1 Résonance acoustique dans l'hélium superfluide

Afin de vérifier que les transducteurs fonctionnent bien, nous réalisons un spectre dans le superfluide à deux pressions différentes pour mesurer la variation de la fréquence de résonance des trois premiers modes, associée au changement de la vitesse du son avec la pression. Sont représentés Fig. 3.31 les spectres en fréquence entre 5 et 25 kHz dans le superfluide, l'un à une pression de 21.72 bar, l'autre à 23.92 bar. On utilise la formule donnée dans la section 3.2.1 :

$$\frac{\delta\nu}{\nu} = \frac{1}{3} \frac{\delta P}{P - P_c} \quad (3.66)$$

pour vérifier si on retrouve l'accord avec la théorie pour la variation en fréquence associée à la variation en pression pour les 3 premiers modes de résonances de la cavité, représentés Fig. 3.32.

Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

Mode i	ν_i	ν'_i	$\delta\nu/\nu$	$\delta P/(3(P - P_c))$
Mode 1	9384 Hz	9584 Hz	0.021	0.022
Mode 2	9630 Hz	9823 Hz	0.020	"
Mode 3	10783 Hz	10993 Hz	0.019	"

On obtient un bon accord avec la théorie pour le déplacement en fréquence associé à la variation de la vitesse du son en fonction de la pression. Cela montre que les transducteurs fonctionnent correctement. Cependant, nous n'avons pas compris l'origine physique de la forêt de pics de résonance sur le spectre en fréquence Fig. 3.31. On pense tout de même qu'un couplage du superfluide avec les modes de résonance de la plaque en cuivre pourrait l'expliquer.

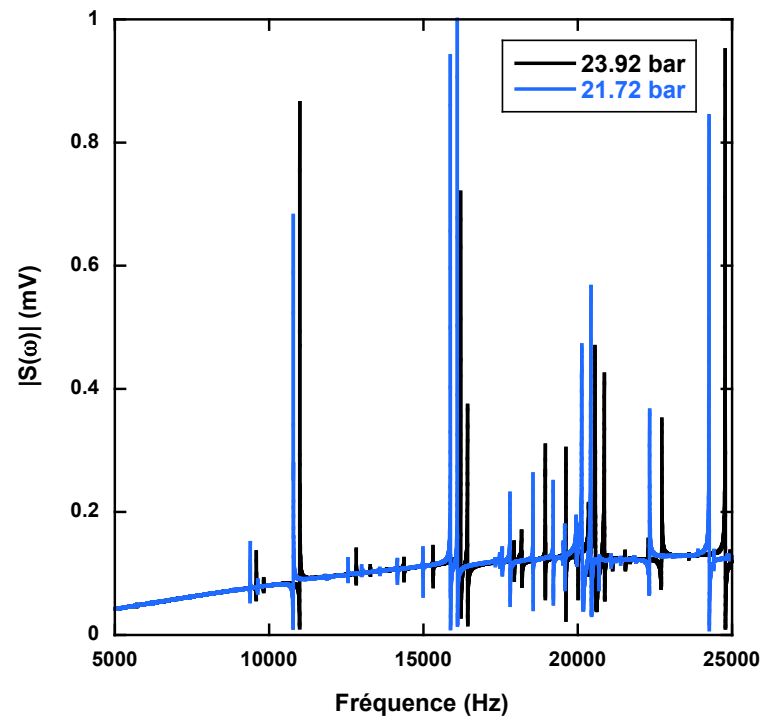


FIGURE 3.31 – Spectres en fréquence dans le superfluide à deux pressions différentes, 21.72 bar et 23.92 bar

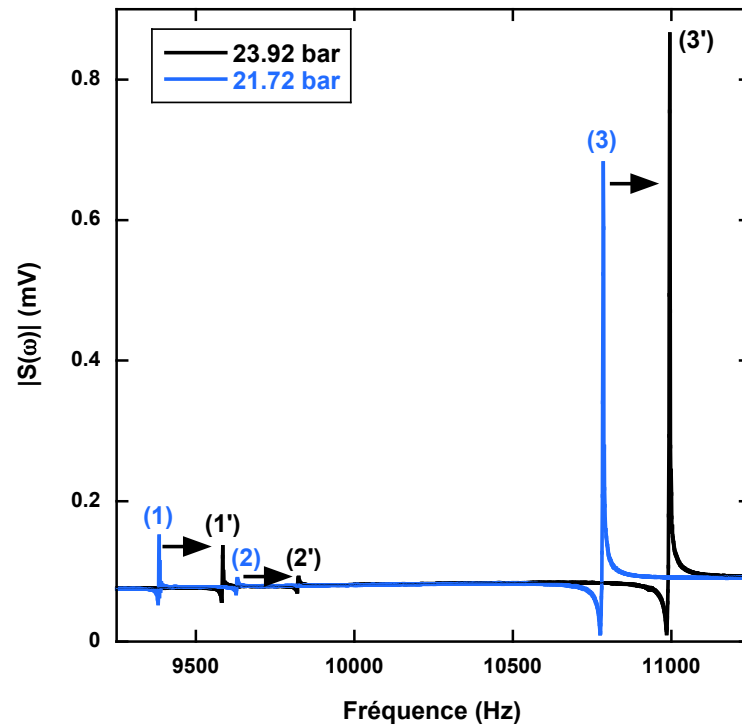


FIGURE 3.32 – Agrandissement autour des trois premiers modes du spectre en fréquence dans le superfluide à 21.72 et 23.92 bar.

3.4.2 Résonance acoustique dans la cellule vide

Nous avons réalisé un spectre dans la cellule acoustique n°2 vide afin d'observer les modes de résonance de la cellule en cuivre avant de faire les mesures dans le superfluide. Le spectre à 21 mK dans la cavité vide est représenté Fig. 3.33. L'amplitude de la tension appliquée est $U_0=8$ V, la cellule étant vide on ne craint pas les effets non-linéaires des cristaux d'hélium 4 et nous pouvons utiliser une forte amplitude.

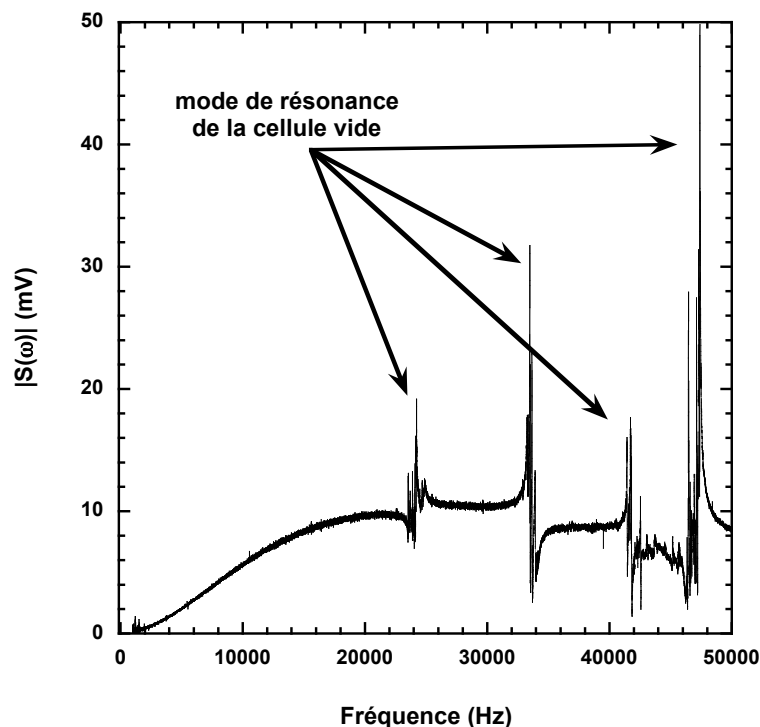


FIGURE 3.33 – Spectres en fréquence dans la cavité acoustique n°2 vide à 21 mK.

Les pics que l'on observe Fig. 3.33 correspondent aux pics que nous pouvons exciter et détecter avec les transducteurs piézoélectriques, lorsque la cellule est vide. On observe un pic de résonance aux alentours de 24 kHz. Nous avons étudié, dans la cellule acoustique n°2, uniquement le mode de plus basse fréquence des monocristaux d'hélium dont la fréquence était toujours inférieure à 24 kHz. On s'attend donc à ce qu'il n'y ait pas trop de couplage entre le premier mode de résonance des cristaux d'hélium et les modes propres de la cellule. Cependant, les spectres en fréquence de la cellule acoustique n°1 ont montré que le pic de résonance dans l'hélium pouvait par exemple, se dédoubler aux fréquences particulières qui correspondent aux fréquences de résonance de la plaque en cuivre elle-même. Dans cette cellule acoustique n°2, nous n'avons pas observé le dédoublement du pic de résonance dans l'hélium mais nous avons observé que l'amplitude du pic avait une dépendance en fréquence qui faisait penser à un couplage à des modes de résonance dans la plaque en cuivre.

3.4.3 Seuil de non-linéarité dans les monocristaux préparés à 1.4 K

Nous présentons ici une mesure analogue à celle réalisée dans la cellule acoustique n°1, c'est-à-dire une mesure du seuil de non-linéarité dans le monocristal X4 fait en 10 min (vitesse de croissance $\sim 29 \mu\text{m/s}$) à une température de 1.41 K. La qualité de ce cristal est certainement proche de celle des cristaux étudiés dans la cellule acoustique n°1.

Est représentée Fig. 3.34 l'amplitude du signal à la résonance $U_{mes}(\omega_0)$ divisée par la tension appliquée U_0 en fonction de cette même tension appliquée U_0 . Nous

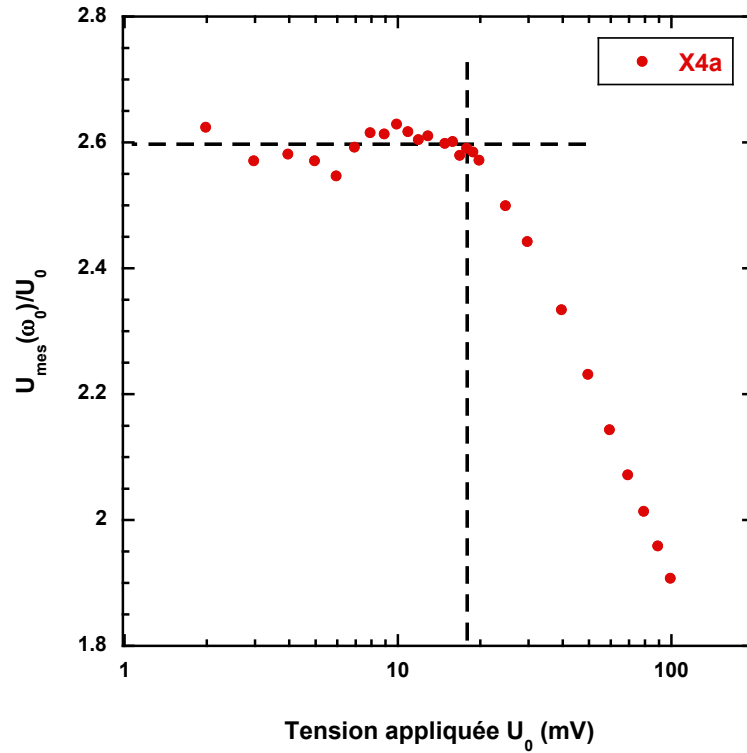


FIGURE 3.34 – Etude en amplitude réalisée à 150 mK dans le cristal X4a

trouvons une tension seuil d'environ 18 mV. La contrainte maximum à la résonance calculée à partir d'une tension de 18 mV est :

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{33} G} \simeq \frac{18 \cdot 10^{-3} \times \sqrt{2}}{2\pi \times 20 \cdot 10^3 \times 1.3 \cdot 10^{-5} \times 80 \cdot 10^{-12} \times 2 \cdot 10^8} \simeq 10 \mu\text{bar} \quad (3.67)$$

Cette contrainte seuil est d'un ordre de grandeur plus faible que celle trouvée dans un cristal fait à 1.4 K, dans la cellule n°1. Ce n'est pas surprenant que les contraintes seuils ne soient pas identiques, il y a plusieurs possibilités pour l'expliquer. La qualité des cristaux dans cette cellule n°2 est surement meilleure car la croissance se fait régulièrement sans être gênée par la présence des transducteurs. Cette contrainte seuil doit aussi dépendre de l'orientation du cristal et de la forme du mode de résonance dans la cavité. Nous donnerons plus de détails sur les études en amplitude

à différentes températures dans des monocristaux de meilleure qualité cristalline à la section 3.4.6. Suite à cette étude préliminaire du seuil de non-linéarité, nous avons, par précaution, appliqué une amplitude de tension relativement faible (2-4 mV) pour les mesures en température. De sorte que le résonateur soit dans le régime linéaire. Nous ne pouvions pas utiliser de tension d'excitation beaucoup plus faible pour des raisons de rapport signal sur bruit.

3.4.4 Etude en température de monocristaux de même orientation et de différentes qualités

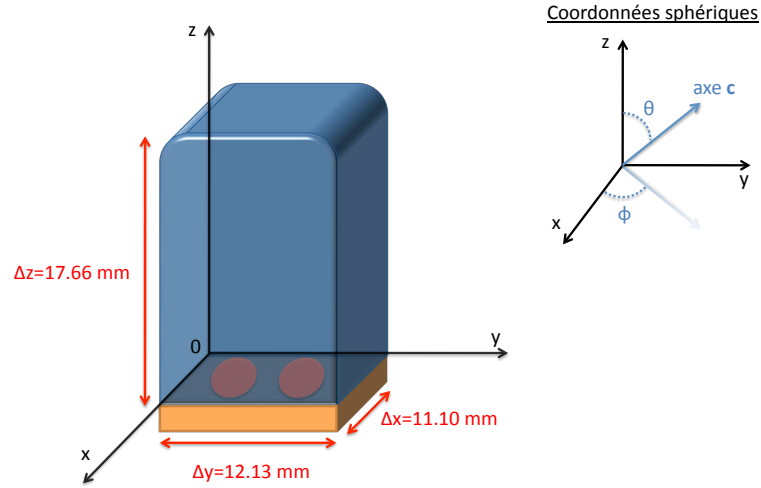
Nous présentons les mesures en température de la fréquence de résonance du premier mode de résonance de monocristaux. Ces monocristaux sont de même orientation mais de qualité et de pureté différentes. La convention adoptée pour nommer ces échantillons est la suivante : le numéro est relatif à l'orientation cristalline du cristal et la lettre qui suit est relative à sa qualité cristalline. Les différentes lettres sont "a" pour un cristal préparé à 25 mK, "b" pour un cristal ayant subi un cycle en température à 0.97 K, "c" pour un cristal ayant subi à cycle en température à 1.17 K et "d" pour un cristal ayant subi un cycle en température à 1.40 K. Par exemple pour le cristal nommé "X5a", "X5" signifie que c'est le cinquième monocristal que nous avons réalisé dans cette cellule et "a" signifie que c'est un cristal fait à 25 mK.

3.4.4.1 Calcul des fréquences de résonance à partir de l'orientation cristalline

La propagation des ondes élastiques dans un monocristal est anisotrope, nous avons besoin de connaître l'orientation cristalline pour déterminer les modes de résonance du monocristal. Nous avons fait apparaître un cristal (X5) dans la cellule puis nous avons mesuré son orientation cristalline avec la méthode exposée dans le chapitre 2. L'orientation de l'axe **c** de ce monocristal est donnée par les angles $\theta=97.1^\circ$ et $\phi=11.4^\circ$ des coordonnées sphériques définies par rapport aux axes **x**, **y** et **z** de la cellule (voir Fig. 3.35). Les modes de résonance dans le cristal font intervenir les 5 coefficients élastiques indépendants (c_{11} , c_{12} , c_{13} , c_{33} , c_{44}) du cristal ⁴He. Ces coefficients élastiques ont été mesurés à 1K par Crepeau *et al.* [126] puis corrigés par Greywall [121] qui donne :

$$\begin{aligned} c_{11} &= (4.05 \pm 0.04) \times 10^7 \text{ Pa} \\ c_{12} &= (2.13 \pm 0.06) \times 10^7 \text{ Pa} \\ c_{13} &= (1.05 \pm 0.13) \times 10^7 \text{ Pa} \\ c_{33} &= (5.54 \pm 0.22) \times 10^7 \text{ Pa} \\ c_{44} &= (1.24 \pm 0.02) \times 10^7 \text{ Pa} \end{aligned}$$

À partir de ces coefficients élastiques et de l'orientation du cristal ($\theta=97.1^\circ$, $\phi=11.4^\circ$), on obtient par une simulation numérique (réalisée par notre collaborateur H. J. Maris) une fréquence de résonance pour le mode fondamental de 19200 ± 200 Hz. Il s'agit d'une simulation numérique aux différences finies. Nous avons également

FIGURE 3.35 – Définition des angles θ et ϕ .

réalisé une simulation numérique aux éléments finis avec le logiciel COMSOL Multiphysics. On obtient avec cette dernière simulation numérique une fréquence de 19000 ± 200 Hz. L'incertitude de 200 Hz sur les fréquences de résonance provient de l'incertitude sur la valeur des coefficients élastiques. Les deux simulations numériques donnent des résultats égaux à 0.4 % près.

Nous faisons l'hypothèse raisonnable que les coefficients mesurés par Greywall [121] au-dessus de 1 K correspondent à ceux du cristal dans l'état rigide, c'est-à-dire lorsque la contribution des dislocations à la déformation totale est nulle. En effet, les mesures de Greywall ont été réalisées au dessus de 1K, une température où le mouvement des dislocations est amorti par les phonons. Le coefficient d'amortissement du mouvement des dislocations est en T^3 (voir Iwasa *et al.* [52]). Par ailleurs, les mesures de Greywall ont été réalisées à haute fréquence (~ 10 MHz), or d'après les mesures de Syshchenko *et al.* [68] on devine que le solide ^4He doit être dans son état rigide à haute fréquence. On a donc deux raisons de penser que la fréquence de résonance, calculée par les simulations numériques avec les valeurs des coefficients donnés par Greywall, correspond à un état rigide du cristal.

3.4.4.2 Cristal frais de croissance

Dans le but de réaliser un cristal avec le moins de dislocations possible, nous avons fondu le cristal (X5) jusqu'à une taille typique de 1 mm afin d'éliminer les défauts potentiels qui seraient apparus au moment de la nucléation. Puis nous l'avons fait croître à nouveau à la température de base du cryostat (25 mK lors de cette série de mesures) lentement (en 7h), à une vitesse moyenne de croissance de $0.8 \mu\text{m/s}$. Nous avons donc obtenu un cristal de très bonne qualité cristalline ayant probablement une densité de dislocations vis comprise entre 0 et 100 cm^{-2} d'après Ruutu *et al.* [108, 107]. On a mesuré la fréquence de résonance du monocristal X5a frais de croissance et on a étudié la variation de cette fréquence de résonance en augmentant la température jusqu'à 300 mK puis en la baissant à nouveau jusqu'à 25 mK. On présente les résultats obtenus Fig. 3.36 et on observe que la fréquence

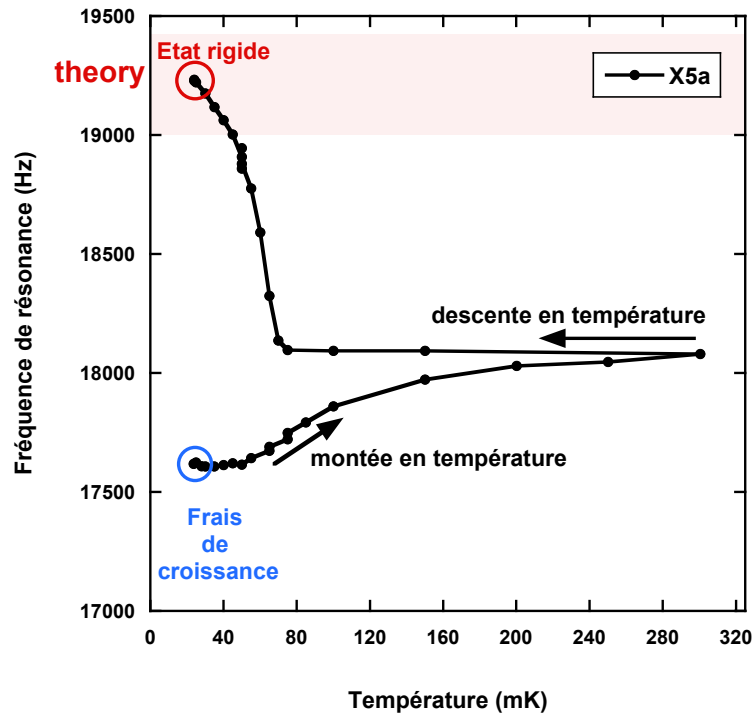
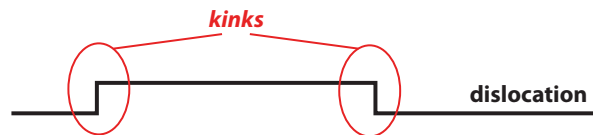


FIGURE 3.36 – Cycles en température dans le cristal X5a.

de résonance du cristal X5a frais de croissance (17.62 kHz) est relativement basse compte tenu du résultat de la simulation numérique (19.2 ± 0.2 kHz). Juste après la croissance, le cristal se trouve dans un état mou caractérisé par le fait que les dislocations sont libres de bouger.

Aleinikava *et al.* [70] ont prédit que sous l'influence du potentiel de Peierls du réseau cristallin et en absence d'impuretés, les lignes de dislocation doivent présenter un crossover entre un état *rugueux* à haute température et un état *lisse* à la température Δ correspondant à l'énergie d'une paire de *décrochements* de signe opposé (ou paire *kink-antikink* en anglais) sur une ligne de dislocation (voir schéma Fig. 3.37).

FIGURE 3.37 – Schéma de deux *décrochements* de signe opposé sur une ligne de dislocation (ou paire "kink-antikink" en anglais).

Un décrochement est une marche dans le plan de glissement de la dislocations alors que le cran (ou "jog" en anglais) est une marche sur la ligne de dislocation dans un autre plan que le plan de glissement. Ces notions ont été expliquées au chapitre 1. Traditionnellement, les dislocations se déplaçant dans le plan de glissement sont vues comme des cordes élastiques fixées aux extrémités et libres de vibrer, c'est la base

de la théorie de Granato-Lücke [67]. Aleinikava *et al.* [70] présentent une description en termes de statistique quantique des kinks le long de la ligne de dislocation et ils caractérisent l'état "lisse" de la dislocation comme l'état où la ligne est localisée dans une des vallées du potentiel de Peierls du réseau cristallin. Dans cet état, il n'y a pas de paire kink-antikink sur la ligne de dislocation et sous l'effet d'une contrainte inférieure à la contrainte seuil permettant la création de paires kink-antikink, la dislocation ne peut pas se déplacer et le cristal est rigide. À l'opposé l'état rugueux correspond à l'état où le nombre de kinks sur la ligne est très important et où le potentiel de Peierls devient non-pertinent. La ligne n'est plus localisée dans une vallée du potentiel de Peierls et la description en terme de corde vibrante redevient possible. Les auteurs prédisent que les paires kink-antikink sont créées par activation thermique avec une probabilité proportionnelle à $\exp -\Delta/T$ où Δ est l'énergie d'une paire kink-antikink. Cette énergie Δ est mal connue et les auteurs ont obtenu une énergie $\Delta \sim 0.29 \pm 0.03$ K en ajustant la dépendance en température du module de cisaillement d'après des mesures du groupe de Beamish réalisées dans des polycristaux ^4He (300 ppb) à une fréquence de 2 kHz. Nos mesures du monocristal X5a frais de croissance montrent que les dislocations ne sont manifestement pas dans un état lisse à 25 mK. On peut donc dire que si cette transition rugueuse des lignes de dislocation existe alors elle doit apparaître à une température inférieure à 25 mK. Une autre possibilité serait que l'amplitude de la résonance acoustique utilisée soit suffisante pour créer des paires kink-antikinks. En effet, les auteurs calculent l'ordre de grandeur de la contrainte σ_{kinks} nécessaire pour créer une paire kink-antikink :

$$\sigma_{kinks} \simeq \frac{\Delta}{b^2 L} \simeq 45 \text{ } \mu\text{bar} \quad (3.68)$$

où $b \simeq 3 \text{ } \text{\AA}$ est le vecteur de Burger de la dislocation, $L \simeq 1 \mu\text{m}$ sa longueur caractéristique et $\Delta=0.29$ K l'énergie caractéristique obtenue par Aleinikava *et al.* à partir des résultats de mesure du module de cisaillement dans un polycristal. Lors de l'étude du monocristal X5a frais de croissance, l'amplitude de la tension à résonance était $U_{mes}(\omega_0) \simeq 5 \text{ mV}$, d'où une contrainte maximum à la résonance :

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{33} \text{ G}} \simeq \frac{5.10^{-3} \times \sqrt{2}}{2\pi \times 20.10^3 \times 1.3.10^{-5} \times 80.10^{-12} \times 2.10^8} \simeq 3 \text{ } \mu\text{bar} \quad (3.69)$$

La contrainte maximale à résonance est plus faible d'un ordre de grandeur que la contrainte nécessaire pour créer une paire kink-antikink. Cependant, nous avons utilisé l'énergie de création d'une paire kink-antikink ($\Delta \simeq 0.29$ K) calculée dans le cas d'un polycristal et il est possible que cette énergie soit différente dans un monocristal. Par ailleurs, nous avons utilisé la longueur typique d'une dislocation ($L \sim 1 \mu\text{m}$) dans un polycristal, cette longueur est certainement beaucoup plus grande dans le cas de ce monocristal X5a frais de croissance et de très bonne qualité. En utilisant une longueur plus grande, on abaisserait la contrainte de création d'une paire kink-antikink. Elle pourrait finalement être plus faible que la contrainte maximale à résonance ($3 \text{ } \mu\text{bar}$) que nous venons de calculer. Il est donc difficile de trancher maintenant et il faudrait refaire ces expériences à plus faible amplitude pour vérifier ces hypothèses.

On observe aussi Fig. 3.36 que lorsqu'on augmente la température, la fréquence de résonance augmente à partir de 50 mK. Elle passe de 17.62 kHz (25 mK) à 18.08 kHz (300 mK). Le fait que la rigidité du cristal ^4He augmente lorsqu'on augmente la température de 25 mK à 300 mK n'avait jamais été observé auparavant. Nous proposons un scénario pour expliquer cet effet. Il se base sur l'interprétation en termes de piégeage des dislocations par les impuretés ^3He . En utilisant le résultat du chapitre 2 sur l'équilibre des potentiels chimiques des atomes ^3He dans le cristal et dans le liquide ^4He , on trouve que le rapport des concentrations en ^3He dans le cristal X_3^h et dans le liquide X_3^L est (à 25 mK) :

$$X_3^h/X_3^L \simeq 2.8 \times 10^{-21} \quad (3.70)$$

La concentration en ^3He dans le liquide est initialement de 0.4 ppb donc

$$X_3^h \simeq 1.1 \times 10^{-30} \quad (3.71)$$

D'après E.R. Grilly [125], le volume molaire dans le solide à cette température est $V_{mol}=20.98 \text{ cm}^3$. Le volume de la cellule est $V_{cellule}=2.4 \text{ cm}^3$. Le nombre n_3^h d'impuretés ^3He dans le cristal est donc :

$$n_3^h = N_A \frac{V_{cellule}}{V_{mol}} X_3^h \simeq 10^{-8} \simeq 0 \quad (3.72)$$

où N_A est le nombre d'Avogadro. On trouve donc que la concentration en impuretés ^3He d'un cristal frais de croissance doit être nulle. Par ailleurs, la croissance lente d'un monocristal à partir du superfluide à 25 mK rappelle la "fusion de zone", un procédé utilisé dans l'industrie pour la purification des métaux. Cette croissance lente devrait permettre de chasser les impuretés ^3He hors du cristal. Le cristal frais de croissance devrait donc être ultrapur ce qui expliquerait pourquoi les lignes de dislocation sont libres de vibrer même à basse température (25 mK).

Lorsqu'on augmente la température, l'équilibre thermodynamique des concentrations en ^3He dans le solide et dans le liquide ^4He change et des impuretés diffusent depuis le liquide vers le cristal. Sur le graphique Fig.3.38 est représenté le calcul de la quantité d'atomes ^3He dans le cristal n_3^h en échelle logarithmique en fonction de la température d'après le calcul thermodynamique des concentrations en ^3He et les volumes de liquide et de solide présents dans la cellule acoustique n°2. Ce calcul montre que le nombre d'atomes ^3He dans le cristal est quasiment nul en dessous de 35 mK et qu'au-dessus de cette température ce nombre commence à augmenter. En augmentant la température de 25 à 300 mK, nous avons fait migrer une grande quantité d'atomes ^3He depuis le liquide vers le solide. Si on considère une large distribution d'énergie pour le piégeage d'un atome ^3He le long d'une ligne de dislocation. Il devrait alors exister des puits de potentiel plus profonds que les autres, ces puits pourraient être par exemple les noeuds du réseau de dislocations. Nous interprétons donc l'augmentation de la fréquence de résonance lors de la montée en température (de 25 à 300 mK) au piégeage d'impuretés ^3He dans des puits profonds le long des dislocations. En effet, les dislocations seraient alors partiellement bloquées, ce qui aurait pour effet de rigidifier le cristal partiellement, faisant passer la fréquence de

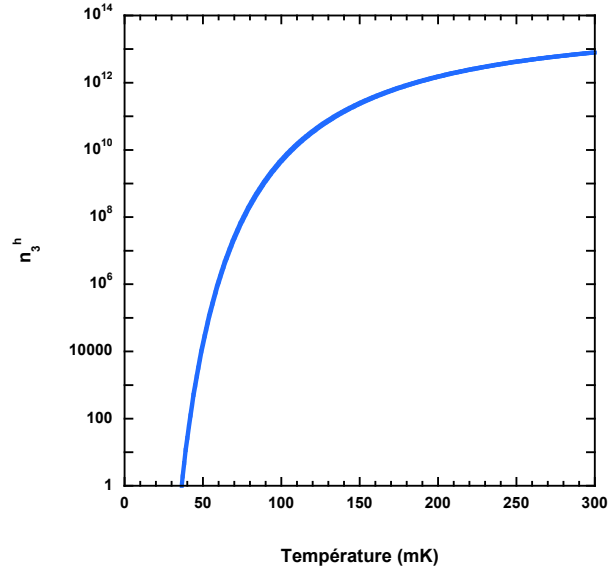


FIGURE 3.38 – Le nombre d’atomes ^3He dans le cristal en fonction de la température

résonance de 17.62 kHz à 18.1 kHz. Une fois que ces impuretés sont piégées dans les puits profonds, elles ne peuvent en sortir qu’à plus haute température (supérieure à 300 mK), ce qui permet d’interpréter le côté irréversible de cette première montée en température.

A. Kuklov, un des auteurs de l’article théorique [70] sur la transition rugueuse des lignes de dislocation, nous a fait part, lors d’une communication privée, d’un autre scénario possible pour interpréter cette augmentation de la fréquence de résonance lors de la montée en température (de 25 à 300 mK). Selon lui, il est possible que dans le cristal frais de croissance les dislocations soient *de biais* (*slanted* en anglais) sur les vallées du potentiel de Peierls. Dans cet état, les dislocations contiennent alors du désordre piégé qui les empêche de transiter dans l’état lisse de basse température et donc le cristal est mou. Lorsqu’on augmente la température (de 25 à 300 mK), le cristal subit des contraintes de compression de l’ordre de 300 μbar et les dislocations se déplacent et trouvent un minimum d’énergie lorsqu’elles sont alignées dans les vallées de Peierls, ce qui augmente partiellement la rigidité du cristal. Il est difficile de vérifier cette hypothèse, cependant on pourrait à l’avenir étudier cette augmentation de la fréquence de résonance à partir du cristal frais de croissance pour des cycles en température plus petits. Par exemple, en augmentant la température jusqu’à 70 mK seulement puis en diminuant la température.

Après cette augmentation de la fréquence de résonance lors de la première montée en température. On observe Fig. 3.36 que lorsqu’on diminue la température de 300 à 25 mK, la fréquence de résonance augmente davantage, jusqu’à la fréquence de 19.30 kHz. Les cycles successifs en température entre 25 et 300 mK ne permettent pas de retrouver la fréquence initiale du cristal frais de croissance et l’on passe successivement d’une fréquence de 18.1 kHz à 300 mK à une fréquence de 19.30 kHz à 25 mK. Un exemple de spectres en fréquence dans le cristal X5a pour une descente en température entre 150 et 25 mK est présenté Fig. 3.39. On retrouve un

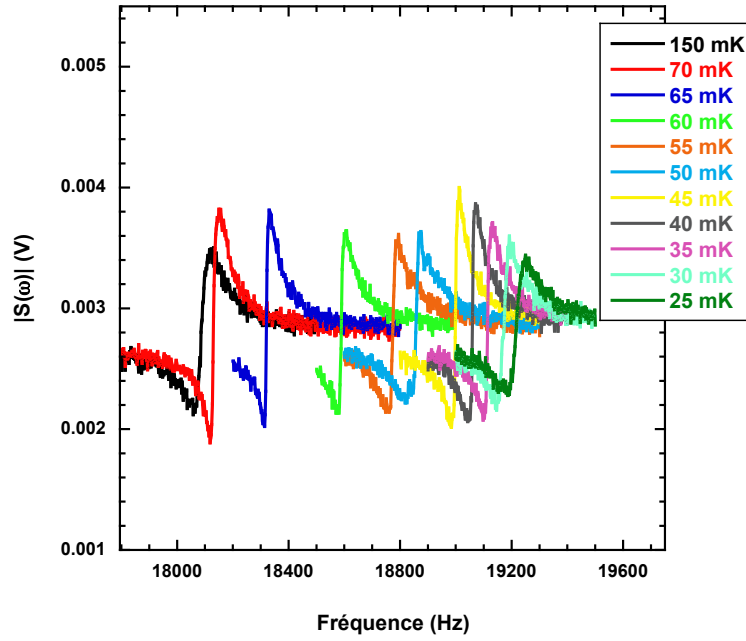


FIGURE 3.39 – Spectres en fréquence dans le cristal X5a pour une descente en température entre 150 et 25 mK.

comportement habituel de l'évolution de la rigidité du cristal avec la température et on observe que la fréquence mesurée à 25 mK (19.30 kHz) est en bon accord avec la fréquence de résonance calculée numériquement (19.2 kHz). Ce qui signifie que l'on retrouve, à 25 mK, la fréquence de résonance du cristal rigide. C'est-à-dire, avec notre scénario, une situation où les dislocations sont complètement bloquées par les impuretés ^3He . En utilisant le scénario donné par A. Kuklov, la première montée aurait permis de déplacer les dislocations dans les vallées de Peierls ce qui aurait rendu possible la transition rugueuse des dislocations. Il prétend donc qu'une fois que les dislocations ne sont plus en biais sur les vallées du potentiel de Peierls mais alignées dans les vallées, l'état lisse des dislocations est possible mais pas avant.

Notre scénario de piégeage des dislocations par les impuretés ^3He nous permet aussi d'interpréter le fait qu'après la première montée en température à 300 mK, les cycles successifs en température ne permettent pas de retrouver la valeur initiale du cristal frais de croissance. Après la première montée en température à 300 mK un nombre important d'atomes ^3He se trouvent désormais en solution dans le cristal. À 300 mK, la concentration dans le cristal est $X_3^h \sim 0.1$ ppb d'où :

$$n_3^h \simeq 10^{13} \text{ , à 300 mK} \quad (3.73)$$

Lorsqu'on diminue la température de 300 à 25 mK, les atomes ^3He diffusent par effet tunnel dans le cristal et migrent dans le liquide (voir chapitre 2). Les atomes ^3He sont des quasiparticules balistiques se déplaçant par effet tunnel d'après Schratter *et al.* [112]. Les ^3He peuvent se piéger soit sur les dislocations soit dans le liquide. Les atomes ^3He se piègent apparemment plus facilement sur les lignes de dislocation occupant tout le cristal que dans les régions liquides se trouvant dans les petites

fentes de la cellule. En présence de liquide dans la cellule, l'état stable correspond à la situation où les atomes ^3He sont dans le liquide et le cristal dans l'état mou. L'état rigide à 25 mK où les atomes ^3He sont piégés sur les dislocations est un état métastable. Cependant, la probabilité qu'un atome ^3He s'échappe d'une dislocation dans le réseau cristallin et atteigne les petites régions liquides est très faible à basse température, ce qui peut donner un long temps de vie à cet état métastable et nous permet de mesurer le cristal dans l'état rigide. Dans ce cristal, si une telle relaxation existe elle n'est pas visible sur une échelle de 15 h dans nos conditions expérimentale. Nous avons cependant pu observer une relaxation de l'état rigide vers l'état mou dans le cristal suivant ayant subi un cycle en température à 0.97 K. Le scénario basé sur le piégeage des impuretés ^3He sur les lignes de dislocation à l'avantage par rapport au modèle de transition rugueuse, d'interpréter cet effet de relaxation de l'état rigide vers l'état mou. Dans la suite de ce manuscrit, on montre que ce temps de relaxation peut être plus court en présence de vibrations mécaniques induites par les vibrations du pot 1K ou provoquées par une amplitude d'excitation plus importante.

3.4.4.3 Cristal ayant subi un cycle en température à 0.97 K

Nous avons fait subir un cycle en température au cristal X5a, la montée en température de 0.3 à 0.97 K a duré 2h, la température a été maintenue à 0.97 K pendant quelques minutes et la descente en température de 0.97 K à 0.3 K a duré 5 h. On nomme ce nouveau cristal, X5b. Le cristal étant à l'équilibre liquide-solide dans la cellule, le système {cristal + liquide} suit la courbe de fusion lors du cycle en température. La pression d'équilibre du système dépend de la température et le cristal subit des contraintes de compression (resp. dépression) d'environ 20 mbar lors de la montée (resp. descente) en température. Pour plus de détails sur la préparation de ce cristal voir chapitre 2. Lors du refroidissement de ce cristal, nous avons arrêté la descente en température à 200 mK et mesuré la fréquence de résonance du monocristal X5b. Nous avons trouvé 15.95 kHz ce qui est nettement inférieur à la fréquence de résonance de l'état mou du monocristal X5a (18.08 kHz à 200 mK). Le cristal X5b est même encore plus mou que ne l'était le cristal X5a frais de croissance pour lequel on avait trouvé une fréquence de résonance de 17.62 kHz. Comme nous le verrons à la section 3.4.4.6, nous attribuons cela à une réorganisation des dislocations, provoquée par les contraintes de compression (~ 20 mbar) induites par le cycle en température à 0.97 K. Nous avons ensuite mesuré la variation de fréquence de résonance du cristal X5b pour différentes montées et descentes en température entre 200 mK et 22 mK. Lors de ces mesures nous avons constaté une extrême sensibilité de la rigidité du cristal aux perturbations extérieures (transfert d'azote, transfert d'hélium, remplissage du pot1K) ainsi qu'aux taux de refroidissement lors des descentes en température. L'ensemble des mesures de ce cristal pour des descentes en température de 100 à 22 mK est présenté Fig. 3.40.

Les courbes de la Fig. 3.40 ont été obtenues pour différents niveaux de vibrations mécaniques dans la cellule et différentes vitesses de refroidissement. Les autres cristaux ne présentaient pas une telle sensibilité aux perturbations extérieures et à la vitesse de refroidissement. On observe Fig. 3.40 que la courbe avec les points rouges

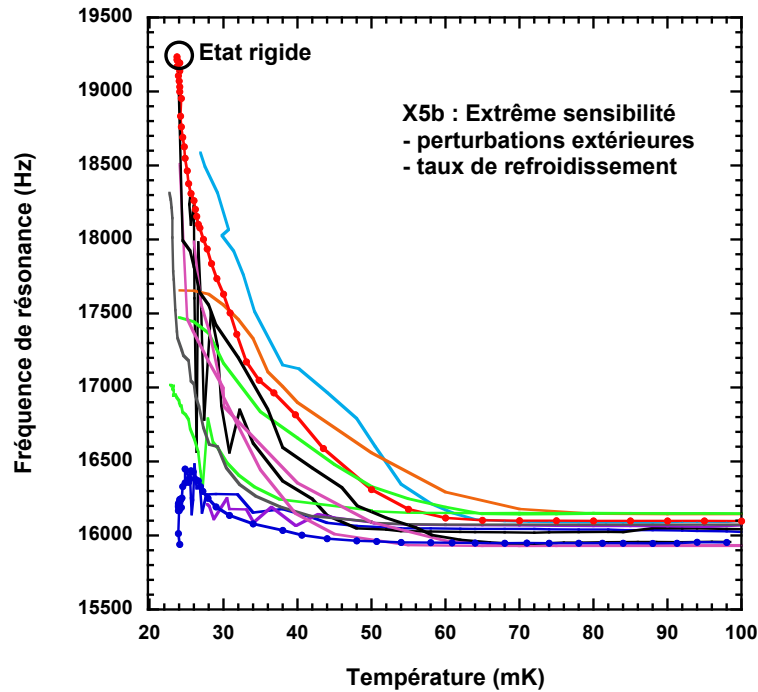


FIGURE 3.40 – Fréquence de résonance du cristal X5b pour différentes descentes en température entre 100 et 22 mK.

affiche la variation de fréquence de résonance la plus grande. Cette courbe obtenue en limitant le niveau de vibrations mécaniques et avec une vitesse de refroidissement élevée, atteint à 22 mK, la fréquence de 19.25 kHz qui correspond à la fréquence de résonance de l'état rigide du cristal en accord avec le calcul numérique. Sont présentés à titre d'information Fig. 3.41 les spectres en fréquence du cristal X5b pour cette descente en température qui donne la plus grande variation de la fréquence de résonance.

On observe aussi Fig. 3.40 que la courbe en points bleus correspond à l'extrême opposé, c'est-à-dire qu'elle présente la variation de fréquence de résonance la plus faible. Elle a été obtenue avec un fort niveau de vibrations mécaniques et une relativement faible vitesse de refroidissement. L'ensemble des courbes intermédiaires entre ces deux courbes (en points rouges et bleus) montrent la variabilité des résultats obtenus pour différents taux de refroidissement et différents niveaux de vibrations mécaniques dans la cellule.

Au cours de ces mesures sur le cristal X5b nous avons constaté que l'origine du niveau de vibrations mécaniques dans la cellule provenait du remplissage du pot 1K. L'origine de cet effet est expliquée au chapitre 2. Nous présentons Fig. 3.42 deux spectres en fréquence effectués dans la cellule vide. Ils ont été obtenus sans appliquer de tension sur le transducteur émetteur mais seulement en détectant le niveau de bruit dans la cellule dans deux situations différentes. La première lorsque la μ vanne du pot 1K est fermée et la deuxième, lorsqu'elle est ouverte. Nous présentons ces spectres dans une gamme de fréquence où nous avons observé un fort niveau de vibrations mécaniques générées par le pot 1K. On observe Fig. 3.42 que le niveau

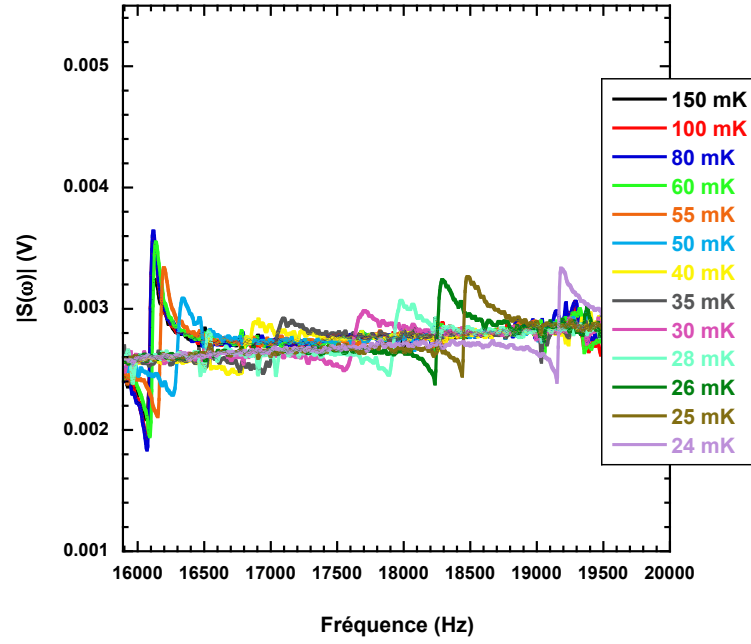


FIGURE 3.41 – Spectre en fréquence du cristal X5b, descente en température entre 150 mK et 24 mK donnant la plus grande variation de la fréquence de résonance

de bruit est nul (courbe en noir) dans le cas où la μ vanne est fermée ce à quoi on s'attend lorsque le niveau de vibrations mécaniques dans la cellule est nul. En revanche, on observe que lorsque la μ vanne est ouverte, le remplissage du pot 1K génère un bruit non négligeable puisqu'on observe que son amplitude de tension maximum $U_{1K}(\omega)$ est supérieure à 2 mV à la fréquence de 10.65 kHz. Si l'on calcule la contrainte mesurée sur le transducteur associée à cette amplitude de tension, on trouve :

$$|\sigma_{1K}| = \frac{U_{1K}(\omega_{1K})}{\omega_{1K} A_{pzt} d_{33} G} \simeq 2 \mu\text{bar} \quad (3.74)$$

Cette contrainte ($2 \mu\text{bar}$) est relativement faible devant la contrainte critique de non linéarité ($\sim 10 \mu\text{bar}$) que nous avons mesurée dans cette cellule acoustique dans les cristaux de basse qualité préparés à ~ 1.4 K (voir section 3.4.3). Nous montrerons cependant à la section 3.4.6 que la contrainte critique dans ces cristaux de bonne qualité ayant subi un cycle en température à 0.97 K est de l'ordre de grandeur de la contrainte ($2 \mu\text{bar}$) générée par les vibrations mécaniques du pot 1K. Les études en température ont montré que lorsque le pot 1K se remplissait, le bruit mécanique généré suffisait à abaisser la fréquence de résonance du cristal X5b d'environ 17 % (de 19.25 à 16 kHz). Ces vibrations mécaniques peuvent être supprimées en fermant la μ vanne, ce qui empêche totalement le remplissage du pot 1K. Dès lors nous disposons d'un temps limité (environ 3 h selon le taux de pompage du pot 1K) pour réaliser nos mesures car une fois le pot 1K complètement vide, il faut réouvrir la μ vanne pour le remplir à nouveau sous peine de réchauffer la cellule.

Par ailleurs, nous avons aussi constaté l'importance de la vitesse de refroidissement dans les mesures de fréquence de résonance de ce cristal X5b. La figure

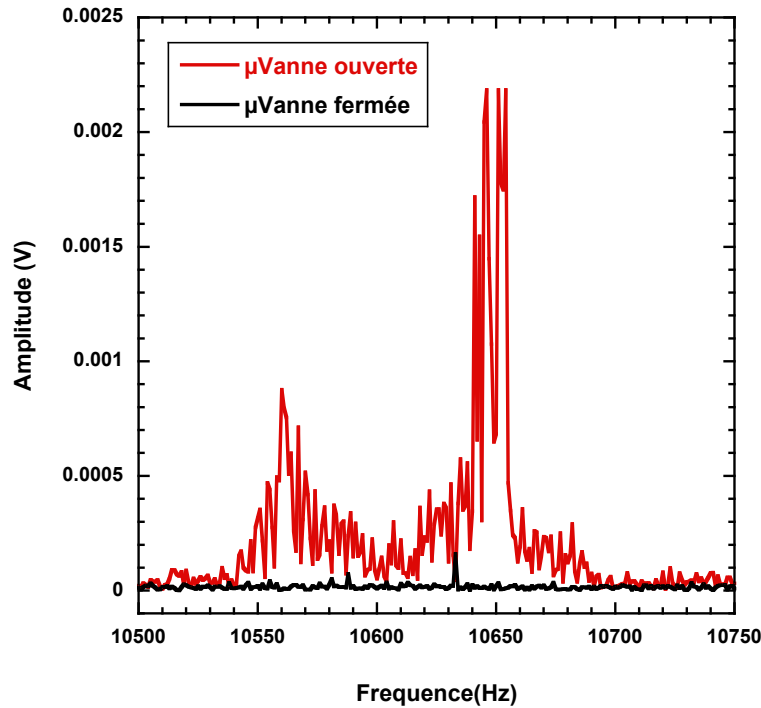


FIGURE 3.42 – Spectre en fréquence réalisé entre 10.5 et 10.75 kHz montrant l’amplitude du bruit provoqué par le remplissage du pot1K.

Fig. 3.43 montre des mesures de la fréquence prises pendant le refroidissement du cristal X5b dans trois situations différentes. Pour des raisons de clarté ces courbes ont été prélevées de la Fig. 3.40, les courbes en rouge ou en bleu correspondent aux mêmes données expérimentales.

Les mesures μ vanne ouverte (courbe bleue) sont prises pendant un refroidissement normal, la température passe de 50 mK à 25 mK en 3h20. Les vibrations mécaniques sont telles que la fréquence de résonance du cristal augmente très peu lorsqu’on diminue la température. La fréquence atteint un maximum de 16.5 kHz à 28 mK et chute ensuite à 15.95 kHz à 22 mK, c’est-à-dire dans l’état mou. Les mesures μ vanne fermée (courbe verte) sont prises lors d’un refroidissement normal la température passe de 50 mK à 25 mK en 3h20. Les vibrations mécaniques sont absentes et la fréquence monte jusqu’à 18.60 kHz à basse température (22 mK). Les mesures μ vanne fermée (courbe rouge) sont prises lors d’un refroidissement un peu plus rapide la température passe de 50 mK à 25 mK en 2h50. Nous réalisons ce refroidissement plus rapide en maintenant la température de la cellule à 50 mK pendant plusieurs minutes pendant que la chambre de mélange continue de refroidir. Lorsque l’on coupe le chauffage, la température de la cellule peut chuter plus rapidement. Dans ces conditions, nous obtenons la courbe qui monte à la plus haute fréquence 19.25 kHz à basse température (22 mK), c’est-à-dire la fréquence de résonance calculée numériquement qui correspond à l’état rigide du cristal.

Par ailleurs, nous avons aussi constaté, à la fin du refroidissement (courbe bleue), que le cristal X5b restait dans l’état mou lorsqu’on coupait les vibrations mécaniques à 22 mK. Nous avons pu obtenir un état rigide du cristal en augmentant la tempéra-

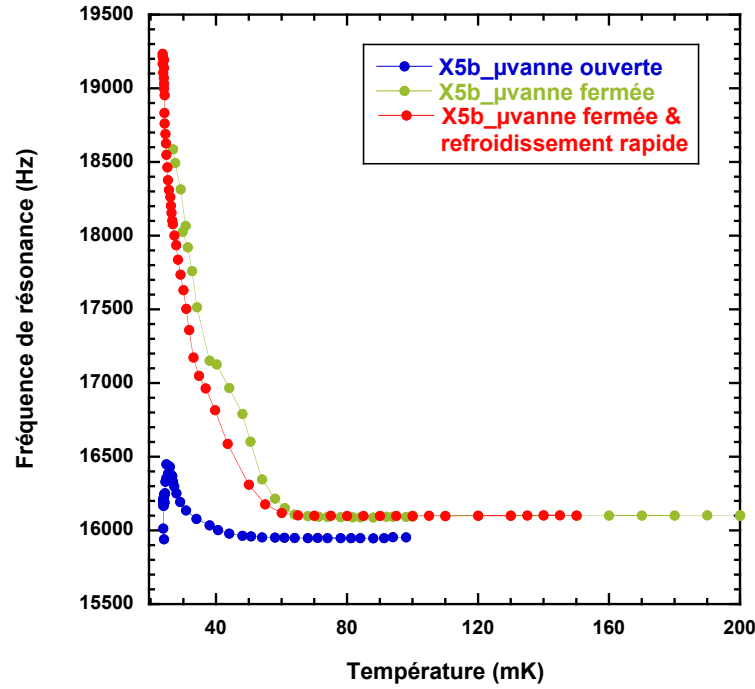


FIGURE 3.43 – Fréquence de résonance du cristal X5b en fonction de la température pour 3 situations différentes

ture jusqu'à plus de 100 mK puis en coupant le niveau de vibrations mécaniques lors de la descente en température jusqu'à 22 mK. Cette observation a été déterminante dans l'interprétation de l'anomalie élastique observée dans nos cristaux puisqu'elle s'interprète très bien en terme de piégeage des impuretés ^3He sur les dislocations. En effet, en présence de vibrations mécaniques dans la cellule, des contraintes sont appliquées sur les dislocations qui peuvent suffire à les détacher des impuretés ^3He . Cette contrainte critique de décrochement est dans la théorie de Granato-Lücke inversement proportionnelle à la distance entre deux points de piégeage sur la ligne de dislocation ou deux noeuds du réseau de dislocation. Dans le cadre de cette théorie de piégeage, nous montrerons à la section 3.4.6 que les mesures en amplitude sur ce cristal X5b donnent une contrainte critique de décrochement très faible, à la limite de la contrainte minimum ($\sim 0.1 \mu\text{bar}$) que nous avons pu utiliser. On pense donc que les vibrations mécaniques décrochent les impuretés ^3He des lignes de dislocations. Les impuretés ^3He migrent dans le cristal et vont trouver les poches liquides présentes dans la cellule (voir chapitre 2). Une fois que les impuretés sont dans le liquide, elles ne peuvent plus en sortir à basse température car le rapport des concentrations en ^3He X_3^h/X_3^l calculé au chapitre 2 est, par exemple à 20 mK, de l'ordre de 10^{-30} . Même si l'on coupe les vibrations mécaniques dans la cellule, les dislocations sont libres de vibrer étant donné que les impuretés ^3He restent dans le liquide. Le cristal retrouve l'état rigide uniquement si l'on augmente la température pour réintroduire des impuretés ^3He dans le cristal et que l'on refroidit ensuite à nouveau, sans vibrations mécaniques, pour que les impuretés puissent se piéger sur les dislocations. Aussi, la présence de ce maximum semble indiquer que deux

phénomènes sont en compétition pendant le refroidissement du cristal. Le piégeage des impuretés ³He le long des lignes de dislocations tend à augmenter la rigidité du cristal alors que le bruit mécanique du pot1K qui décroche les impuretés ³He des dislocations tend à la diminuer.

On comprend avec cette interprétation que plus la vitesse de refroidissement sera grande, moins les impuretés auront le temps d'atteindre le liquide et donc de permettre aux dislocations de vibrer.

3.4.4.4 Cristaux ayant subi un cycle à 1.17 K ou à 1.40 K

Après l'étude du cristal X5b, nous avons fait subir un cycle en température à 1.17 K à ce cristal (cristal X5c), puis un deuxième cycle en température à 1.40 K (cristal X5d). Pour le cycle à 1.17 K, la température est montée de 0.3 à 1.17 K en 1h15 puis est descendue de 1.17 à 0.3 K en 5h. Pour le cycle à 1.40 K la température est montée de 0.3 K à 1.40 K en 1h05 puis est descendue de 1.40 K à 0.3 K en 6h30. D'après les calculs du chapitre 2, ces cycles en température permettent de cristalliser une partie du liquide présent dans les fentes de la cellule. Le volume de liquide restant après la croissance d'un monocristal dans la cellule acoustique est d'environ 69 mm³. On précise que le champ acoustique est très faible dans ces petites fentes de liquide. Leur cristallisation partielle ne doit certainement pas modifier la fréquence de résonance de façon notable. D'après nos calculs présentés à la section 2.2.2.5 du chapitre 2, le volume de liquide restant dans les fentes est ~ 58 mm³ pour le cycle à 1.17 K (X5c) et ~ 10 mm³ pour le cycle à 1.40 K (X5d). Les contraintes de compressions subies lors du refroidissement sont de l'ordre de 200 mbar pour X5c et de l'ordre de 700 mbar pour X5d. Ces contraintes créent sans doute des dislocations dans ces cristaux. On ne dispose pas encore de mesures d'atténuation du son qui permettraient d'évaluer la densité de dislocations cependant ces mesures sont en préparation dans notre équipe dans le cadre de la thèse de Ariel Haziot.

Les cristaux X5c et X5d se sont avérés très peu sensibles aux perturbations extérieures et l'étude de la fréquence de résonance de ces cristaux en fonction de la température n'a pas nécessité de précaution particulière concernant le réglage du remplissage du pot1K. Est représenté Fig. 3.44 le spectre en fréquence du cristal X5c pour une descente en température entre 100 et 25 mK. Nous obtenons le même type de spectre, pour le cristal X5d. On observe sur le spectre en fréquence Fig.3.44 du cristal X5c, une amplitude de la résonance un peu plus grande que celles des cristaux X5a (Fig. 3.39) et X5b (Fig. 3.41). Ces cristaux de mauvaise qualité cristalline (par opposition aux cristaux X5a et X5b) montrent un peu moins de dissipation. Nous n'avons pas étudié la dissipation dans tous ces cristaux étant donnée la possibilité d'un couplage aux modes de la plaque en cuivre et de la dépendance en fréquence de l'amplitude de la résonance. De plus, nous n'avons pas observé d'effet systématique sur la dépendance en température de la dissipation dans ces cristaux.

Les courbes de la Fig. 3.45 montrent les dépendances en température de la fréquence de résonance des cristaux X5c et X5d. Les courbes inférieures sont obtenues en refroidissant le cristal et les courbes supérieures en le réchauffant. Chaque montée ou descente en température dure environ 4 h. Les courbes de ces deux cristaux (X5c et X5d) sont très similaires et montrent une hystérésis de la fréquence de résonance

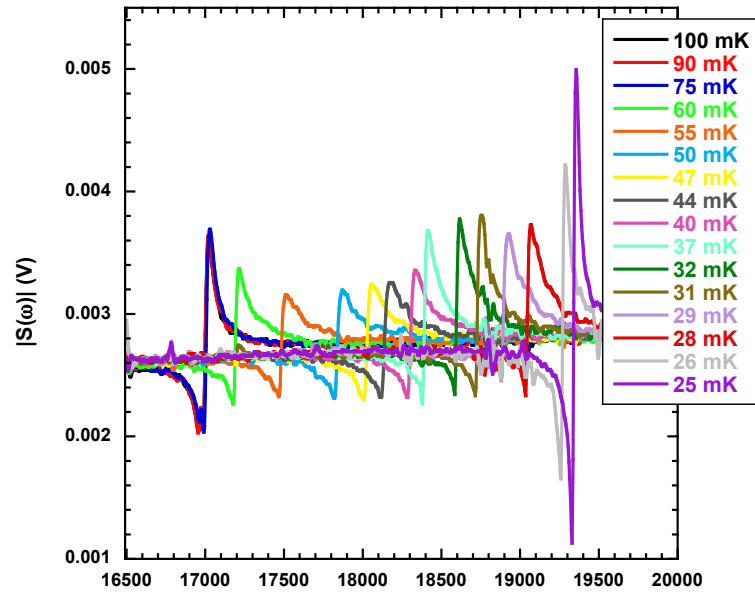


FIGURE 3.44 – Spectre en fréquence du cristal X5c pour une descente en température entre 100 et 25 mK

entre la montée et la descente en température. Une hystérésis comme celle-ci n'avait jamais été observée auparavant. On peut tenter d'expliquer cette hystérésis qualitativement, en utilisant uniquement une théorie de piégeage comme celle utilisée par Iwasa *et al.* [127]. À haute température le cristal est mou, les dislocations sont libres de bouger et les fluctuations thermiques sont appliquées sur de grandes lignes de dislocation. La force appliquée sur une impureté piégée sur une dislocation étant proportionnelle à la longueur libre de celle-ci, les fluctuations thermiques appliquées sur de grandes dislocations empêchent le piégeage des impuretés ^3He . La longueur libre de dislocation en absence d'impuretés dessus est L_n , la distance entre deux noeuds du réseau de dislocation. Lorsqu'on diminue la température, les fluctuations thermiques diminuent et le piégeage des dislocations par les impuretés ^3He est rendu possible, la rigidité augmente. À basse température, les lignes sont saturées en ^3He , elles sont bloquées et le cristal est rigide. À l'opposé, lorsqu'on commence à basse température, la longueur libre de dislocation est petite. Elle est dans ce cas donnée par L_i , la distance entre impuretés. Les fluctuations thermiques sont appliquées sur des petites longueurs et donc la force résultante appliquée sur les impuretés est petite. On doit atteindre une température plus élevée pour amorcer le décrochage des dislocations. On atteint finalement un état mou à haute température.

Cependant, nous pensons qu'au moins une partie de l'hystérésis est due à un effet dynamique. Nous pensons que le système n'était pas à l'équilibre thermodynamique tout au long du cycle en température. Nous avons remarqué que les ruptures de pentes sur la courbe d'hystérésis le long du cycle en température étaient liées à des changements de la vitesse de refroidissement (ou de réchauffage). Cette vitesse était de 0.5 mK/min entre 100 et 40 mK, de 0.2 mK/min entre 40 et 30 mK et de 0.1 mK/min entre 30 et 22 mK. On peut décrire le cycle d'hystérésis comme suit, en commençant à haute température (100 mK) :

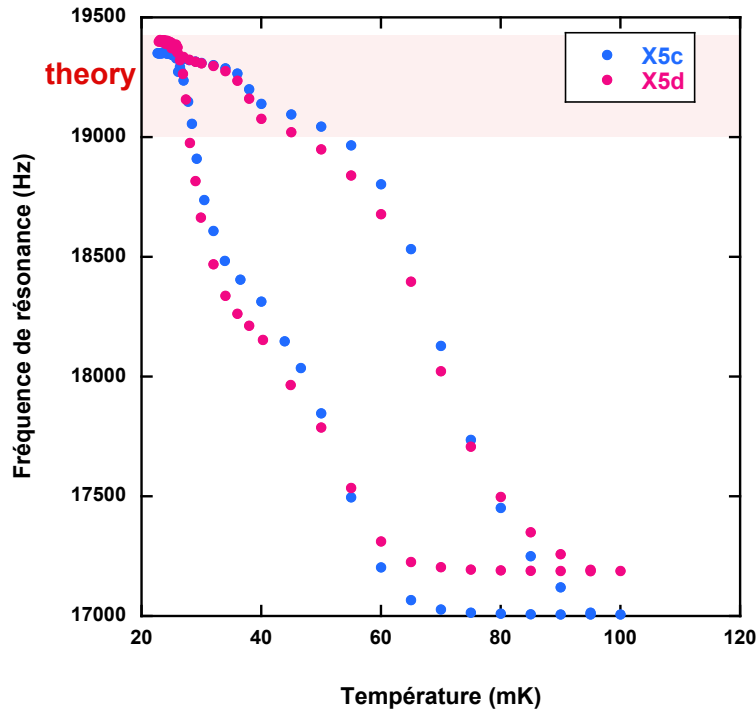


FIGURE 3.45 – Fréquence de résonance des cristaux X5c fait à 1.17 K et X5d fait à 1.40 K, en fonction de la température.

entre 100 et 40 mK : la vitesse de refroidissement est 5 mK/min. Le cristal est dans un état mou et sa rigidité commence à augmenter en dessous de ~ 65 mK.

entre 40 et 30 mK : la vitesse de refroidissement est plus faible (2 mK/min). La pente de la fréquence (df/dT) est plus faible qu'entre 100 et 40 mK. On observe une rupture de pente à 40 mK. En refroidissant plus lentement on permet à la concentration en ^3He de s'équilibrer entre le liquide et le solide, la concentration en ^3He dans le solide diminue et la concentration en ^3He sur les lignes augmente plus lentement lorsqu'on baisse la température.

entre 30 et 22 mK : la vitesse de refroidissement est encore plus faible (1 mK/min). Pourtant la pente de la fréquence (df/dT) augmente. Il est possible que ce soit lié à la nature même de la transition. En effet, les courbes obtenues par Syshchenko *et al.* [68] du module de cisaillement en fonction de la température ne sont pas symétriques par rapport à la température de transition T_{50} , la rigidité augmente plus brusquement en dessous de T_{50} .

entre 22 et 30 mK : la vitesse de réchauffage est 1 mK/min. La fréquence diminue lentement.

entre 30 et 40 mK : la vitesse de réchauffage est plus forte 2 mK/min. La fréquence chute davantage puis on observe une rupture de pente à 40 mK lorsqu'on change de vitesse de réchauffage.

entre 40 et 100 mK : la vitesse de réchauffage est encore plus forte 5 mK/min.

Pourtant ce n'est qu'au-dessus de 60 mK que la fréquence se met à chuter beaucoup. Ce comportement est difficile à interpréter simplement.

On comprend à partir de cette analyse du cycle d'hystérésis que la vitesse de refroidissement et la vitesse de réchauffage jouent un rôle dans l'allure de la courbe d'hystérésis que nous avons observée dans les cristaux de basse qualité X5c et X5d. D'autres mesures du temps de relaxation à différentes température confirment que l'équilibre thermodynamique n'était pas atteint sur tout le cycle d'hystérésis. Nous interprétons ces effets par les différents temps de mise à l'équilibre de la concentration en ^3He entre les dislocations et le solide massif d'une part et entre le solide et le liquide d'autre part. Nous expliquons plus clairement l'origine de ces différents temps de relaxation à la section 3.4.5.

Les cristaux X5c et X5d montrent des propriétés similaires. Ils sont peu sensibles aux vibrations mécaniques du pot 1K et ont la même dépendance en température de la fréquence de résonance, avec une hystérésis entre montée et descente en température. Les cycles en température à 1.17 et 1.40 K semblent avoir créé des dislocations dans le cristal de telle sorte que la distance L_n entre deux noeuds de dislocations est plus petite. Ainsi les vibrations mécaniques induites par le pot1K ou les fluctuations thermiques, s'appliquent sur des lignes de dislocations plus courtes que dans les cristaux de bonne qualité comme X5b. Les cristaux de mauvaise qualité sont donc moins sensibles aux perturbations extérieures.

Sont représentés sur le même graphique de la Fig. 3.46 toutes les variations en température des cristaux X5a, b, c, d.

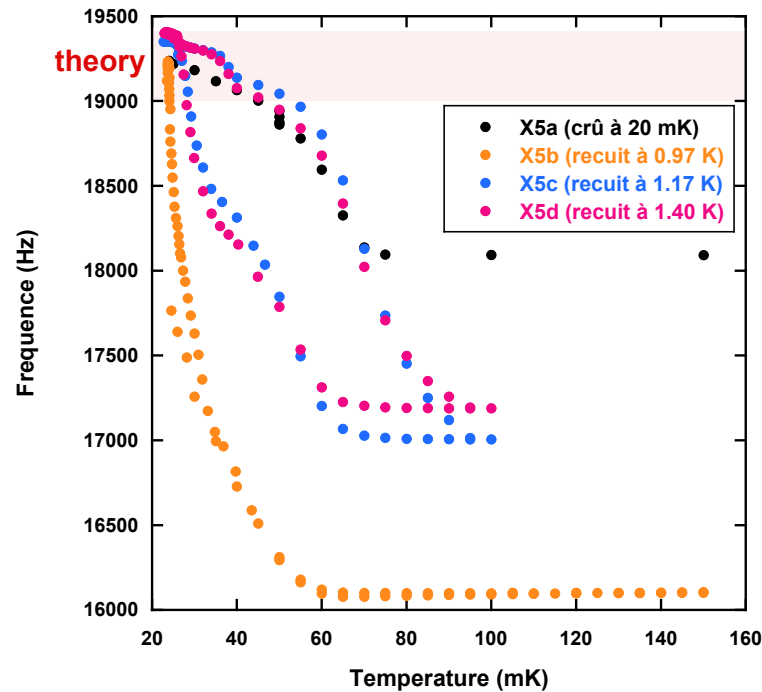


FIGURE 3.46 – Fréquence de résonance des cristaux X5a, b, c, d en fonction de la température

La première des observations que l'on peut faire est que tous ces cristaux pré-

sentent la même fréquence de résonance (~ 19.2 kHz) à basse température (< 25 mK). On retrouve la même valeur que celle calculée numériquement en utilisant les coefficients élastiques mesurés par Greywall [121] à 1 K lorsque le mouvement des dislocations est amorti par les phonons. Ceci indique que la fréquence de résonance à 25 mK correspond aussi à un état rigide du cristal où les dislocations sont bloquées, à cette température par les impuretés ^3He . On montre donc sur cette courbe qu'il y a un seul état rigide et plusieurs états mous pour différentes qualités cristallines. C'est l'un de nos résultats majeurs [128], l'anomalie élastique observée doit être considérée plutôt comme un ramollissement des cristaux à haute température (> 100 mK) dû à la présence des dislocations qu'un durcissement des cristaux à basse température en dessous de 20 mK.

Tous ces cristaux présentent un ramollissement lorsqu'on augmente la température entre 20 et 100 mK. Ce ramollissement est différent, par exemple, entre X5a et X5b où les plateaux à haute température représentent deux états mous différents du cristal. Ces états mous sont caractérisés par le fait que les lignes de dislocations ne sont pas bloquées par les impuretés ^3He et donc libres de vibrer entre leurs noeuds qui sont plus ou moins rapprochés. La distance L_n entre deux noeuds du réseau de dislocations dépend du désordre cristallin et plus particulièrement de la densité de dislocations et de la géométrie de ce réseau. On comprend que les cycles en température ont eu pour effet principal de modifier le réseau de dislocations. Il est possible que ces cycles aient créé des dislocations ou bien que le réseau de dislocations se soit ré-organisé suite aux contraintes subies. Nous développons ce point à la section 3.4.4.6.

3.4.4.5 Reproductibilité des résultats

À la suite du cycle en température à 0.97 K, le cristal X5a en équilibre avec le liquide a perdu la petite facette auparavant piégée dans le coin supérieur gauche de la cavité. Nous avons certainement dépassé la température de transition rugueuse de cette facette ce qui a permis de cristalliser le petit coin de liquide près de l'orifice. Nous avons répété cette procédure avec un cristal frais de croissance n'ayant pas de facette et ayant la même orientation. Nous voulions vérifier que le fait d'avoir éliminé cette petite facette n'était pas à l'origine de la grande différence de fréquence de résonance observée entre les états mous des cristaux X5a et X5b.

Après l'étude des cristaux X5 a, b, c, d, nous avons mesuré l'orientation cristalline par une croissance rapide (8 mm/s) à 25 mK comme expliqué dans le chapitre 2. Nous avons ainsi pu vérifier que l'orientation cristalline n'avait pas changé pour tous ces cristaux. Afin de confirmer nos résultats sur les échantillons de très bonne qualité, les cristaux X5a et X5b. Nous avons reproduit les méthodes de croissance qui nous ont permis d'obtenir les cristaux X5a et X5b. À partir du même germe que pour les cristaux X5a, b, c, d, le cristal X5e a été fait à basse température (25 mK) pendant 9h40 min (vitesse moyenne de croissance ~ 0.6 $\mu\text{m/s}$). Nous avons étudié la fréquence de résonance de ce cristal et nous lui avons fait subir un cycle en température à 0.97 K pour reproduire l'analogue du cristal X5b. Le cristal X5e ayant subi un cycle à 0.97 K est nommé X5g. La montée en température de 25 mK à 0.97 K a duré 50 min, la température a été stabilisée quelques minutes à 0.97 K

et la descente en température de 0.95 à 0.3 K a duré environ 7h.

Sur la Fig. 3.47(a), nous avons comparé les fréquences de résonance en fonction de la température des cristaux X5a et X5e et sur la Fig. 3.47(b) les cristaux X5b et X5g. On observe le même comportement pour les deux cristaux frais de croissance X5a

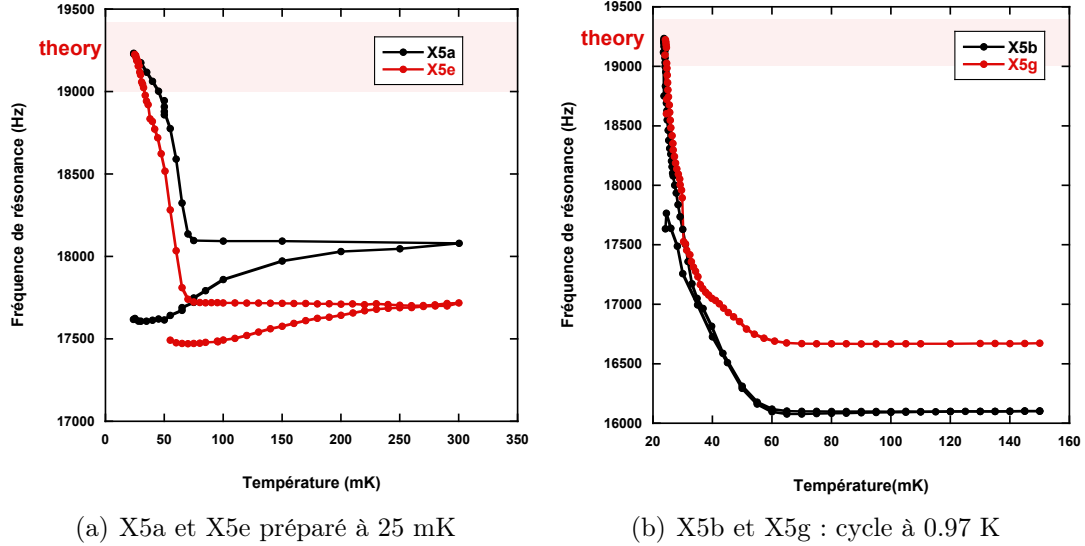


FIGURE 3.47 – Reproductibilité des résultats obtenus pour les cristaux X5a et X5b.

et X5e. On observe une augmentation de la rigidité lorsqu'on augmente la première fois la température de 50 mK à 300 mK. Puis, lorsqu'on diminue la température, la rigidité présente un plateau jusqu'à 60 mK suivi d'une augmentation à plus basse température jusqu'à la valeur de l'état complètement rigide (19.35 kHz). On retrouve sur la courbe de X5g, de la Fig. 3.47(b), la très grande variation en amplitude de la fréquence de résonance en fonction de la température de X5b.

Ces résultats montrent une grande reproductibilité de la dépendance en température de la fréquence de résonance de ces cristaux. Ils indiquent que les cycles en température modifient certainement le réseau de dislocation. Maintenant que nous avons confiance dans nos observations nous pouvons présenter des interprétations plus quantitatives.

3.4.4.6 Coefficients élastiques et mouvement des dislocations

Nous avons observé précédemment que la fréquence de résonance de l'état rigide à basse température de tous les cristaux de même orientation X5a, b, c, d, e, g, était en bon accord avec la valeur calculée numériquement (19.2 ± 0.2 kHz). Cette fréquence de résonance est calculée à partir des coefficients élastiques mesurés à 1 K, une température où les lignes de dislocations sont bloquées par les phonons thermiques [42]. Nous en déduisons que si l'on retrouve la même valeur de la fréquence de résonance à basse température pour tous ces cristaux de même orientation, c'est parce que les lignes de dislocations sont bloquées à basse température par le piégeage d'impuretés ^3He . Cela explique pourquoi les cristaux de très bonne qualité X5a et

X5e lorsqu'ils sont frais de croissance et qu'ils ne contiennent aucune impureté ³He sont dans l'état mou à basse température (25 mK). Ce n'est que lorsque l'on introduit des impuretés ³He en augmentant, une première fois, la température jusqu'à 300mK que ces cristaux présentent un état rigide à basse température. Ces impuretés se piègent certainement dans des puits de potentiel profonds et n'en sortent plus à moins d'augmenter la température suffisamment.

Il est connu en métallurgie (voir le livre *dislocations* de Friedel [50]) que dans les cristaux de structure hexagonale compacte, le mouvement des dislocations se fait préférentiellement dans les plans de base, les plans perpendiculaire à l'axe **c** de la structure hexagonale compacte. L'équation suivante 3.75 représente la relation linéaire entre contrainte et déformation dans un cristal anisotrope de structure hexagonale compacte. Cette relation est exprimée dans la base (**e1**, **e2**, **e3**) où **e1**, **e2**, et **e3** sont les vecteurs unitaires du système de coordonnées cartésiennes avec le vecteur **e3** parallèle à l'axe **c** du cristal.

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \epsilon_{23} \\ \epsilon_{13} \\ \epsilon_{12} \end{pmatrix} \quad (3.75)$$

Les contraintes de cisaillement (σ_{23} et σ_{13}) permettant le glissement des dislocations dans le plan de base du cristal sont écrites en rouge dans l'équation précédente 3.75. Les contraintes de cisaillement σ_{23} et σ_{13} correspondent respectivement à la projection selon **e2** et selon **e1** de la contrainte s'exerçant dans le plan de base orthogonal au vecteur **e3**. Les déformations ϵ_{23} et ϵ_{13} induites par ces contraintes de cisaillement font intervenir uniquement le coefficient c_{44} . Si l'on suppose que tout le ramollissement de nos cristaux est dû au glissement des dislocations dans le plan de base alors seul le coefficient élastique c_{44} intervient. Aidés par la simulation numérique nous pouvons ainsi établir une correspondance entre une fréquence de résonance du cristal et une valeur du coefficient élastique c_{44} . Nous avons simulé numériquement la résonance dans le cristal X5 ($\theta=97.1^\circ$ et $\phi=11.4^\circ$) pour différentes valeurs du coefficient c_{44} en utilisant deux méthodes numériques, une méthode aux différences finies réalisée par notre collaborateur H. J. Maris et une méthode aux éléments finis réalisée à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics. Nous présentons Fig. 3.48 les courbes obtenues en faisant varier c_{44} avec ces deux méthodes.

Les courbes sont ajustées par un polynôme d'ordre 2 afin d'obtenir des équations du type $c_{44}=c_{44}(f)$, reliant la fréquence de résonance du cristal à une valeur de c_{44} . À partir de ces équations, nous avons calculé la valeur du coefficient élastique c_{44} des cristaux X5a, b, c, d, e, g, dans l'état rigide et dans l'état mou. Dans le tableau suivant nous présentons pour tous les cristaux X5a, b, c, d, e, g, la température de transition T_{50} , les fréquences respectives, des états mous et rigides, ainsi que la variation relative du coefficient c_{44} entre les états mous et rigides obtenu par les méthodes numériques.

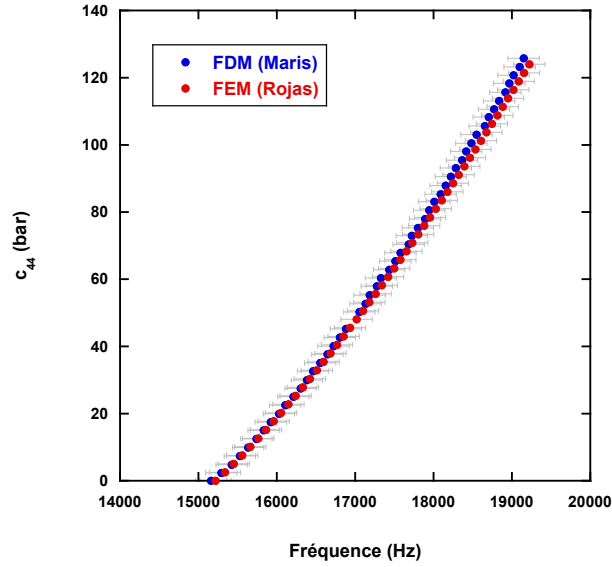


FIGURE 3.48 – Simulations numériques de la fréquence de résonance du cristal X5 ($\theta=97.1^\circ$, $\phi=11.4^\circ$) pour différentes valeurs du coefficient élastique c_{44} . L'incertitude en fréquence provient de l'incertitude sur la valeurs des coefficients élastiques mesurés dans l'état rigide.

Cristal	T_{50}	f_{mou}	f_{rig}	$\Delta c_{44}/c_{44}$
X5a ⁰	-	17.60 kHz	18.08 kHz	24 %
X5a	62 mK	18.08 kHz	19.24 kHz	34 %
X5b	35 mK	16.10 kHz	19.23 kHz	86 %
X5c ¹	44 mK	17.01 kHz	19.34 kHz	63 %
X5c ²	70 mK	"	"	"
X5d ¹	44 mK	17.19 kHz	19.40 kHz	60 %
X5d ²	70 mK	"	"	"
X5e ⁰	-	17.47 kHz	17.72 kHz	13 %
X5e	51 mK	17.72 kHz	19.24 kHz	44%
X5g	30 mK	16.68 kHz	19.23 kHz	70%

On observe dans ce tableau récapitulatif que les variations de c_{44} observées peuvent atteindre des valeurs extrêmement élevées (86 %). Nous montrons maintenant un mécanisme qui permet d'interpréter de telles variations de c_{44} .

Dans son livre de 1964 [50] Friedel montre que dans un cristal, si les dislocations sont arrangées selon un réseau de Frank (réseau cubique de ligne simple) alors leur mouvement et donc leur contribution à la déformation du cristal ne peut pas induire une variation relative du module de cisaillement de plus de 5%. Cette valeur limite dépend de la distribution de longueur utilisée pour les longueurs libres de dislocation, entre deux noeuds du réseau et de la géométrie du réseau. On trouverait, par exemple, une valeur limite légèrement différente avec un réseau triangulaire de ligne

-
- 0. Frais de croissance
 - 1. Descente en température
 - 2. Montée en température

simple au lieu de cubique. Friedel [50] montre que si l'on considère un arrangement très particulier où les dislocations s'alignent dans des plans qui sont, en somme, des "joints de grains faibles", c'est-à-dire des joints entre cristallites de faible désorientation relative. Dans ce cas, la déformation induite peut être plus importante et la variation relative du module de cisaillement s'écrit :

$$\frac{\delta\mu}{\mu} \simeq \frac{1}{20} \frac{l}{d} \quad (3.76)$$

où l est la longueur caractéristique de ces plans, d la distance entre dislocations dans les plans et l/d est le nombre moyen de dislocations dans ces plans. Si le nombre moyen (l/d) de dislocations dans ces plans est suffisamment grand alors le ramollissement relatif ($\delta\mu/\mu$) du cristal induit par le mouvement des dislocations peut atteindre 100 %. Est présenté Fig. 3.49 un schéma de lignes de dislocation alignées dans un plan perpendiculaire au plan de la figure et séparés d'une distance d . Pour faire simple, toutes les lignes ont le même vecteur de Burger \mathbf{b} .

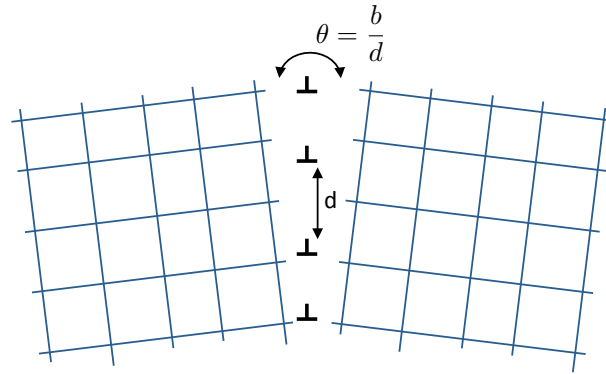


FIGURE 3.49 – Schéma d'un joint de grains de faible désorientation $\theta = b/d$, b est l'amplitude du vecteur de Burger des dislocations et d la distance entre dislocations.

Cet alignement des dislocations constitue un joint de grains de faible désorientation ($\theta \ll 1$). Lorsqu'il y a plusieurs plans comme celui-ci dans le cristal, on obtient une polygonisation (ou structure mosaïque) du cristal. Ce type de structure polygonisée a été observé par des mesures aux rayons X par Iwasa *et al.* [63] en 1995 sur des monocristaux ^4He préparés à partir du fluide normal ($T \sim 2.1$ K, $P \sim 40$ bar) et Burns *et al.* [65] en 2008 sur des monocristaux ^4He aussi préparés à partir du fluide normal ($T \sim 2.6$ K, $P \sim 60$ bar). Iwasa *et al.* suggèrent que lorsque le cristal est recuit les dislocations peuvent migrer dans les joints de grains faibles, augmentant ainsi la densité de dislocations dans les joints de grains et diminuant celle des grains. Burns *et al.* ont observé des cristallites de taille relativement importante, entre 1 mm et 10 mm (la limite de leur résolution). Ils ont aussi observé que cette structure mosaïque pouvait évoluer en fonction du temps même à des températures (1.75 K) loin de la température de fusion du cristal. De très récentes mesures aux rayons X durs de Bossy *et al.* [66], montrent aussi l'existence d'une structure mosaïque dans des cristaux ^4He préparés à partir du superfluide à 1.2 K.

Si l'on suppose que le changement de rigidité observé dans les cristaux X5a, b, c, d, e, g est uniquement dû au mouvement des dislocations dans les plans de base de la

structure hcp alors de telles variations du coefficient c_{44} s'interprètent relativement bien en considérant une structure mosaïque du cristal. Les plans de dislocations du réseau de dislocations intervenant majoritairement dans le ramollissement du cristal, seraient les plans perpendiculaires aux plans c de la structure hexagonale compacte.

L'effet des cycles en température à 0.97 K d'un côté et à 1.17 et 1.40 K de l'autre est très différent. Les résultats des mesures montrent que le cycle en température à 0.97 K est celui qui a permis d'obtenir la plus grande variation de fréquence entre l'état rigide et l'état mou. En attribuant cette variation de fréquence à c_{44} seulement on obtient pour X5b 86 % de variation. En revanche, les cycles à plus haute température ont affecté le cristal de telle sorte que sa variation en fréquence était plus faible, on obtient pour X5c 63 % et pour X5d 60 %. Nous pensons donc que le cycle à 0.97 K, qui a fait subir au cristal des contraintes de compression (~ 20 mbar) près d'un ordre de grandeur plus faible que les contraintes subies lors des cycles à 1.17 K (~ 200 mbar) et à 1.40 K (~ 760 mbar), a eu pour effet de réorganiser le réseau de dislocation selon le procédé mentionné par Iwasa *et al.*. C'est à dire, en augmentant la densité de dislocations dans les joints de grains faibles au détriment de la densité de dislocations dans les grains. Nous pensons en revanche que les cycles à plus hautes températures (1.17 et 1.40 K) induisent d'importantes contraintes de compression qui désorganisent les plans de dislocations en créant des dislocations supplémentaires non alignées dans ces plans. Pour permettre de confirmer ces hypothèses une mesure de la densité de dislocations serait très intéressante. Elle est en préparation dans le cadre de la thèse d'Ariel Haziot. Nous verrons que d'autres plans peuvent aussi contribuer au ramollissement de ces cristaux à la fin du chapitre 4.

3.4.4.7 Plasticité quantique des cristaux d'hélium

Pour comprendre le rôle des dislocations dans les études d'élasticité des monocristaux ^4He que nous venons de présenter, nous rappelons la théorie de Granato-Lücke traitant les dislocations d'un point de vue classique. Granato et Lücke [67] ont développé un modèle théorique quantitatif pour expliquer l'amortissement et le changement de rigidité liés à la présence de dislocations dans les cristaux. Le point de départ du modèle est le suivant : lorsqu'on applique une contrainte à un cristal le réseau se déforme de manière élastique ϵ_{el} , la présence de dislocations induit une déformation supplémentaire ϵ_{dis} . Pour simplifier les choses les auteurs utilisent une description du problème à 1D dans un solide isotrope. Les déformations ϵ_{el} et ϵ_{dis} sont donc des scalaires.

$$\epsilon = \epsilon_{el} + \epsilon_{dis} \quad (3.77)$$

La longueur L est la portion de dislocation libre de vibrer entre deux points fixes. Les extrémités fixes de la longueur libres peuvent être les noeuds du réseau de dislocations ($L=L_N$) ou des impuretés ^3He piégées ($L = L_i$). La contribution des dislocations à la déformation est donnée par :

$$\epsilon_{dis} = \frac{\Lambda b}{L} A \quad (3.78)$$

où Λ est la densité de dislocations, L la longueur libre de la dislocation, A l'aire balayée par la longueur libre d'une dislocation et b le vecteur de Burgers de la

dislocation. Est présenté Fig. 3.50 le schéma d'une longueur libre L de dislocation fixée à ses extrémités. Sans contraintes extérieures, on suppose que la ligne est alignée

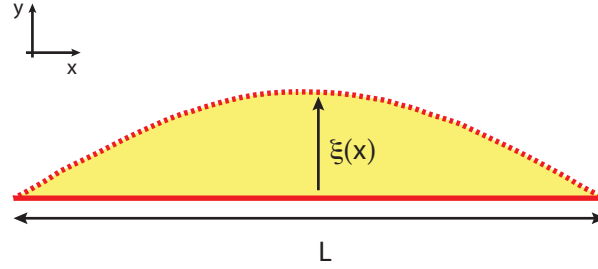


FIGURE 3.50 – Une dislocation se déformant sous l'effet d'une contrainte avec en jaune l'aire balayée par la longueur libre.

dans la direction x . Sous l'effet d'une contrainte $\sigma(t) = \sigma_0 \exp(i\omega t)$ appliquée au cristal, la ligne se déplace d'une quantité $\xi(x, t)$ dans la direction y et s'allonge, de par son élasticité, d'une quantité $\delta l(t)$. L'équation du mouvement pour une dislocation dont les extrémités sont fixes et soumise à une contrainte transverse σ s'écrit dans le modèle de Granato-Lücke [67] :

$$A \frac{\partial^2 \xi(x, t)}{\partial t^2} + B \frac{\partial \xi(x, t)}{\partial t} + C \frac{\partial^2 \xi(x, t)}{\partial x^2} = b\sigma(t) \quad (3.79)$$

où $A = \pi \rho b^2$ est la masse effective de la dislocation par unité de longueur, B est un coefficient d'amortissement qui d'après Iwasa *et al.* [52] est $B = B_0 T^3$ dans l'hélium 4 solide avec $B_0 \simeq 3.10^{-8}$. Le coefficient C est la force par unité de longueur de la tension de ligne de la dislocation et dans un cristal isotrope, on a $C = 2\mu b^2 / \pi(1 - \nu)$. Après résolution des équations du mouvement, on obtient ω_0 la fréquence du fondamental d'une longueur libre L de dislocation :

$$\omega_0 = \frac{1}{L} \sqrt{\frac{2\mu}{(1 - \nu)\rho}} \quad (3.80)$$

où μ est le module de cisaillement du cristal isotrope, ν son coefficient de Poisson et ρ sa masse volumique. La fréquence du fondamental dont il est question n'a rien à voir avec le fondamental en mécanique quantique, ici c'est simplement le premier mode de résonance de la corde vibrante classique. La solution harmonique du déplacement transverse de la dislocation est :

$$\xi(x, t) = \xi_0(x) \exp(i\omega t) \quad (3.81)$$

La solution complète de l'équation du mouvement est assez complexe et nous prenons la limite où la fréquence d'excitation est basse devant la fréquence de résonance des dislocations $\omega \ll \omega_0$. Nous prenons aussi la limite de faible amortissement de la ligne de dislocation (condition réalisée en dessous de ~ 1 K). Nous obtenons ainsi en première approximation pour le déplacement transverse de la ligne :

$$\xi_0(x) = \xi_0 \sin\left(\frac{\pi x}{L}\right) \quad (3.82)$$

où ξ_0 est l'amplitude maximale du déplacement transverse sinusoïdal entre les extrémités fixes de la longueur libre de la ligne. En injectant cette solution dans l'équation du mouvement, on trouve :

$$\xi_0 = \frac{\sigma_0}{\rho\omega_0^2} \quad (3.83)$$

En utilisant l'équation 3.78, la contribution des dislocations ϵ_{dis} à la déformation totale est :

$$\epsilon_{dis} = \frac{\Lambda b}{L} \int_0^L \xi_0(x) dx \quad (3.84)$$

d'où

$$\epsilon_{dis} = \frac{\Omega \Lambda b \xi_0}{\pi} = \frac{\Omega \Lambda \sigma_0}{\pi \rho \omega_0^2} \quad (3.85)$$

où l'on a introduit Ω un facteur d'orientation dépendant de la direction de propagation et de la polarisation de l'onde mécanique et de l'orientation du plan de glissement des dislocations. Étant donné le peu d'informations que nous avons sur la géométrie du réseau de dislocation nous prendrons $\Omega = 1$. Ainsi,

$$\epsilon_{dis} = \frac{\Lambda \sigma}{\pi \rho \omega_0^2} \quad (3.86)$$

Cette formule a été obtenue en considérant une unique longueur libre de dislocation L . On obtiendrait une formule similaire à un facteur numérique près en utilisant une distribution exponentielle de longueurs. On aurait alors une longueur moyenne \tilde{L} à la place de L . On le montre à l'annexe E.

Nous appliquons maintenant cette théorie au cas des monocristaux ^4He étudiés précédemment afin d'obtenir quelques ordres de grandeur sur le mouvement des dislocations. La fréquence du fondamental de la longueur libre calculée à l'équation 3.80 est la formule habituelle utilisée dans le cas d'un polycristal ^4He où l'on peut considérer que la propagation des ondes acoustiques est isotrope. On peut modifier un peu cette formule et l'adapter au cas des monocristaux. Ainsi la fréquence du fondamental s'écrit :

$$\omega_0 = \frac{1}{L} \sqrt{\frac{2c_{44}^0}{\rho}} \quad (3.87)$$

Le coefficient de Poisson ν a été éliminé de cette dernière expression. Il est compris entre 0 et 0.5 et dans le pire des cas ($\nu = 0.5$) il modifierait la fréquence du fondamental d'un facteur $\sqrt{2}$. À l'avenir, on pourrait arriver à des considérations plus quantitative en utilisant par exemple la valeur du coefficient ν mesuré par Mukharsky *et al.* [47].

Dans l'équation 3.87, c_{44}^0 représente le coefficient élastique du cristal rigide (avec $\epsilon_{dis} = 0$). Le coefficient élastique c_{44} du cristal mou peut s'écrire :

$$c_{44} = c_{44}^0 + \delta c_{44} \quad (3.88)$$

où δc_{44} représente la variation du coefficient élastique associée à la contribution des dislocations à la déformation totale. Nous considérons la relation contrainte-déformation dans le cas d'une contrainte de cisaillement σ s'exerçant dans le plan

de base de la structure hexagonale compacte, c'est-à-dire le plan de glissement des dislocations. Lorsque les dislocations peuvent contribuer à la déformation totale, on a :

$$c_{44} = \frac{\sigma}{\epsilon} = \frac{\sigma}{\epsilon_{el} + \epsilon_{dis}} \quad (3.89)$$

et dans l'état rigide du cristal ($\epsilon_{dis} = 0$), on a simplement :

$$c_{44}^0 = \frac{\sigma}{\epsilon_{el}} \quad (3.90)$$

À partir des équations précédentes, on peut écrire :

$$\frac{\epsilon_{dis}}{\epsilon_{el}} = -\frac{\delta c_{44}}{c_{44}^0 + \delta c_{44}} \quad (3.91)$$

Lorsque dans l'état mou du cristal, c_{44} varie d'une fraction α de sa valeur dans l'état rigide (c_{44}^0), on a :

$$c_{44} = c_{44}^0(1 - \alpha) \quad (3.92)$$

d'où

$$\frac{\epsilon_{dis}}{\epsilon_{el}} = \frac{\alpha}{1 - \alpha} > 0 \quad (3.93)$$

avec $0 < \alpha < 1$.

Prenons le cas du monocristal X5b qui présente une variation du coefficient élastique c_{44} de 86 % ($\alpha = 0.86$). On obtient alors un rapport $\epsilon_{dis}/\epsilon_{el} \simeq 6$. On en déduit que dans l'état mou du cristal, l'essentiel de la déformation est dû à la contribution des dislocations. On peut calculer l'ordre de grandeur du déplacement transverse maximal (ξ_0) des longueurs libres de dislocations dans l'état mou du cristal en fonction de la densité de dislocations Λ . On a :

$$\xi_0 = \frac{\pi}{\Lambda b} \epsilon_{dis} = \frac{\pi}{\Lambda b} 6 \epsilon_{el} \quad (3.94)$$

où l'ordre de grandeur de la déformation élastique ϵ_{el} est donné par la relation contrainte-déformation dans l'état rigide :

$$\epsilon_{el} = \frac{\sigma}{c_{44}^0} \simeq 10^{-8} \quad (3.95)$$

où $\sigma \simeq 1 \mu\text{bar}$ est la contrainte typique mesurée sur le transducteur détecteur de notre cellule acoustique et $c_{44}^0 \simeq 124 \text{ bar}$ la valeur du coefficient élastique c_{44} mesuré par Greywall [121] à 1K. On peut aussi calculer l'amplitude maximale de la vitesse transverse de la longueur libre v_{t0} :

$$v_{t0} = \omega_0 \xi_0 \quad (3.96)$$

où $\omega_0/2\pi \simeq 20 \text{ kHz}$ est la fréquence de résonance de la cavité, donc la fréquence d'oscillation des dislocations. On présente Fig. 3.51 l'amplitude du déplacement maximal transverse ξ_0 et l'amplitude de la vitesse maximale transverse des longueurs libres de dislocation en fonction de la densité de dislocations. On observe sur ces graphiques que pour de faibles densités de dislocations ($\sim 100 \text{ cm}^{-2}$), les longueurs

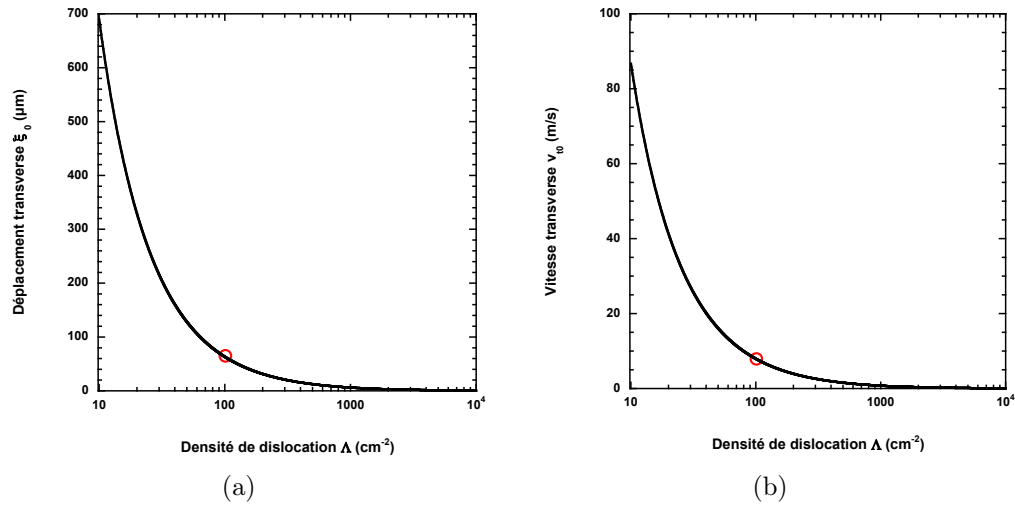


FIGURE 3.51 – Ordres de grandeurs dans le cristal X5b, de l'amplitude du déplacement maximal transverse ξ_0 en (a) et de l'amplitude de la vitesse maximale transverse v_{t0} en (b), en fonction de la densité de dislocations Λ .

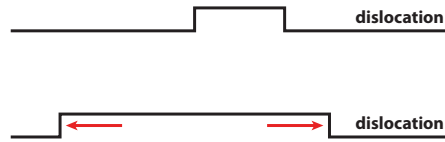


FIGURE 3.52 – Schéma de l'expansion d'une paire "kink-antikink" sous l'application d'une contrainte.

libres de dislocations se déplacent sur des distances macroscopiques ($\sim 64 \mu\text{m}$) à des vitesses relativement importantes ($\sim 7.5 \text{ m/s}$). Le mouvement des dislocations se fait par l'expansion de paires "kink-antikink" le long des dislocations (voir schéma Fig. 3.52). L'amplitude de la contrainte appliquée (quelques μbar) est certainement inférieure à la contrainte de Peierls-Nabarro (de l'ordre du mbar d'après Hiki *et al.* [56]). La contrainte de Peierls-Nabarro est la contrainte de cisaillement qui permet à la dislocation de franchir une barrière d'énergie du potentiel de Peierls et ainsi de former une paire kink-antikink. Les contraintes appliquées au cristal ne créent pas de paires "kink-antikink". À haute température, le processus de formation des paires "kink-antikink" est connu pour être thermiquement activé. Dans les cristaux quantiques d'hélium 4 à basse température ($T \sim 100 \text{ mK}$), le processus de formation des kinks se fait plutôt par effet tunnel quantique. L'amplitude macroscopique du déplacement des dislocations indique que la concentration de "kinks" sur les lignes est relativement importante et donc que la probabilité tunnel de créer une paire "kink-antikink" est grande. Par ailleurs, l'amplitude de la vitesse des oscillations des dislocations est relativement grande ce qui implique une grande mobilité des "kinks". Les ordres de grandeur obtenus pour les mouvements des dislocations dans ces cristaux de bonne qualité, nous indiquent qu'il serait intéressant d'étudier plus

en détail ces aspects théoriques de la plasticité quantique. En attendant, pour la suite de ce manuscrit nous revenons à une description classique de la dislocation en "corde vibrante".

3.4.5 Etude des temps de relaxation de monocristaux de même orientation et de différentes qualités

L'étude des temps de relaxation que nous présentons est une étude préliminaire à une future étude plus complète de la dynamique de relaxation dans ces monocristaux ^4He de différentes qualités. Nous avons pu observer que les effets de relaxation dans ces cristaux étaient complexes et qu'ils mettaient en jeu plusieurs temps caractéristiques.

Nous avons étudié l'évolution temporelle de l'état rigide du cristal de bonne qualité X5a à 22 mK et nous n'avons pas observé de variation de fréquence de résonance supérieure à 0.1 % pendant près de 15 h. L'état rigide ne relaxe pas sur cette échelle de temps. Nous obtenons des résultats similaires pour les cristaux de basse qualité X5c et X5d, leur état rigide ne relaxe pas sur cette échelle de temps (15-20 h). L'état rigide est métastable du point de vue de l'équilibre thermodynamique de la concentration en ^3He sur les lignes de dislocations, dans le solide massif et dans le liquide. On observe cependant que le temps de vie de cet état rigide est relativement long à 22 mK. Les résultats obtenus pour le cristal de bonne qualité X5b sont différents. On présente Fig. 3.55 deux courbes de relaxation d'un état rigide du cristal X5b vers un état plus mou, d'après des mesures de l'évolution temporelle de la fréquence de résonance à une température fixée.

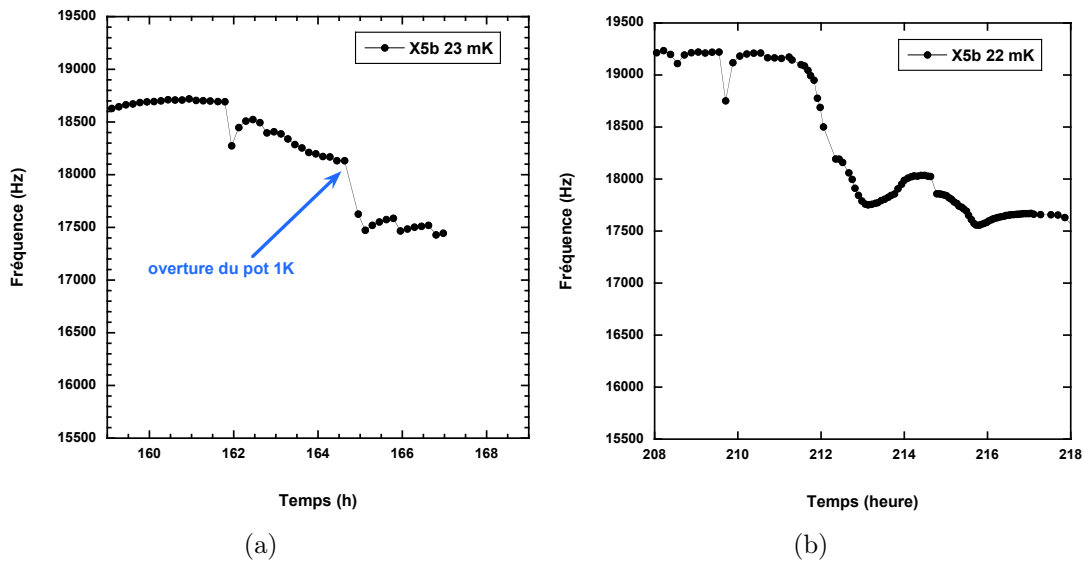


FIGURE 3.53 – Relaxation temporelle de la fréquence de résonance du cristal X5b, depuis des états rigides vers des états plus mou. En (a) la température est fixée à 23 ± 0.1 mK et en (b) la température est fixée à 22 ± 0.1 mK

On montre Fig. 3.53(a) qu'à 23 mK, l'état rigide du cristal X5b relaxe vers un

état plus mou. Nous avons observé que la fréquence de résonance baissait de $\sim 3.3\%$ en ~ 4 h, en absence de vibrations mécaniques générées par le pot 1K (μ vanne fermée). La fréquence de résonance chute davantage (7% au total) lorsque les vibrations mécaniques du pot 1K sont présentes. On présente Fig. 3.53(b) une relaxation d'un état encore plus rigide vers un état mou en présence de vibrations mécaniques (en ~ 10 h). Ces résultats montrent que l'état rigide du cristal X5b relaxe très facilement vers l'état mou en présence de faibles vibrations mécaniques. Cela signifie que la contrainte critique pour décrocher les dislocations des impuretés ^3He piégées doit être très faible dans ce cristal. Nous montrerons à la section suivante 3.4.6 que l'on observe effectivement à cette température (23 mK) une très faible contrainte critique ($\sim 0.1 \mu\text{bar}$) qui est à la limite de notre résolution. Ces observations ont contribué à notre interprétation sur l'effet du cycle en température à 0.97 K. Nous pensons que ce cycle en température a provoqué la réorganisation du réseau de dislocations en les déplaçant depuis le solide massif vers les joints de grains faibles de la structure mosaïque. Une telle réorganisation du réseau de dislocations augmente la distance L_N entre les noeuds du réseau car les dislocations des joints de grains faible sont parallèles. Les résultats obtenus sur ce cristal ne permettent pas réellement de définir un temps de relaxation étant donnée l'extrême sensibilité du cristal aux perturbations extérieures et le caractère aléatoire de l'évolution temporelle de la fréquence. À la fin de ces expériences nous avons amélioré la thermalisation du capillaire de remplissage du pot 1K (voir chapitre 2) pour diminuer le niveau de vibrations mécaniques en remplissage, ce qui sera certainement utile dans une prochaine expérience.

Nous avons étudié ces temps de relaxation dans les cristaux de basse qualité X5c et X5d à différentes températures. Nous présentons Fig. 3.54 les résultats d'une étude de la relaxation temporelle de la fréquence dans le cristal X5d à 40 et 60 mK (graphiques de droite). Nous avons ajouté, à gauche, l'hystérésis en température de la fréquence de résonance présentée à la section 3.4.4.4.

Nous décrivons l'évolution temporelle de la fréquence de résonance lors de la montée en température à 40 mK (figure en haut à droite). Dans un premier temps nous nous sommes placés dans l'état rigide du cristal à 22 mK (1), à cette température la fréquence de résonance n'évolue pas. Puis nous avons augmenté la température progressivement jusqu'à 40 mK (2). Lors de la montée en température, on observe une première baisse de la fréquence à partir de 25 mK (entre les points (1) et (2)) puis une seconde plus importante se déclenche à partir de 35 mK. Au point (2) la température est régulée à 40 mK, la fréquence de résonance entame alors une décroissance quasi-linéaire jusqu'au point (3) où nous avons arrêté les mesures. Pour la seconde étude de la fréquence de résonance en fonction du temps (figure en bas à droite), nous avons suivi un protocole similaire en régulant la température à 60 mK au lieu de 40 mK, à partir du point (2') jusqu'au point (3').

On observe sur le graphique montrant l'hystérésis en température (figure de gauche) que les points (3) et (3') sont situés entre les deux branches descente et montée en température. Les temps mis en jeux étant très longs, nous n'avons pas pu attendre la relaxation complète du système. On ne sait donc pas où les points (3) et (3') sont sensés terminer leur chute en fréquence. On peut cependant affirmer que ces résultats indiquent qu'au moins une partie de l'hystérésis observée dans les cristaux

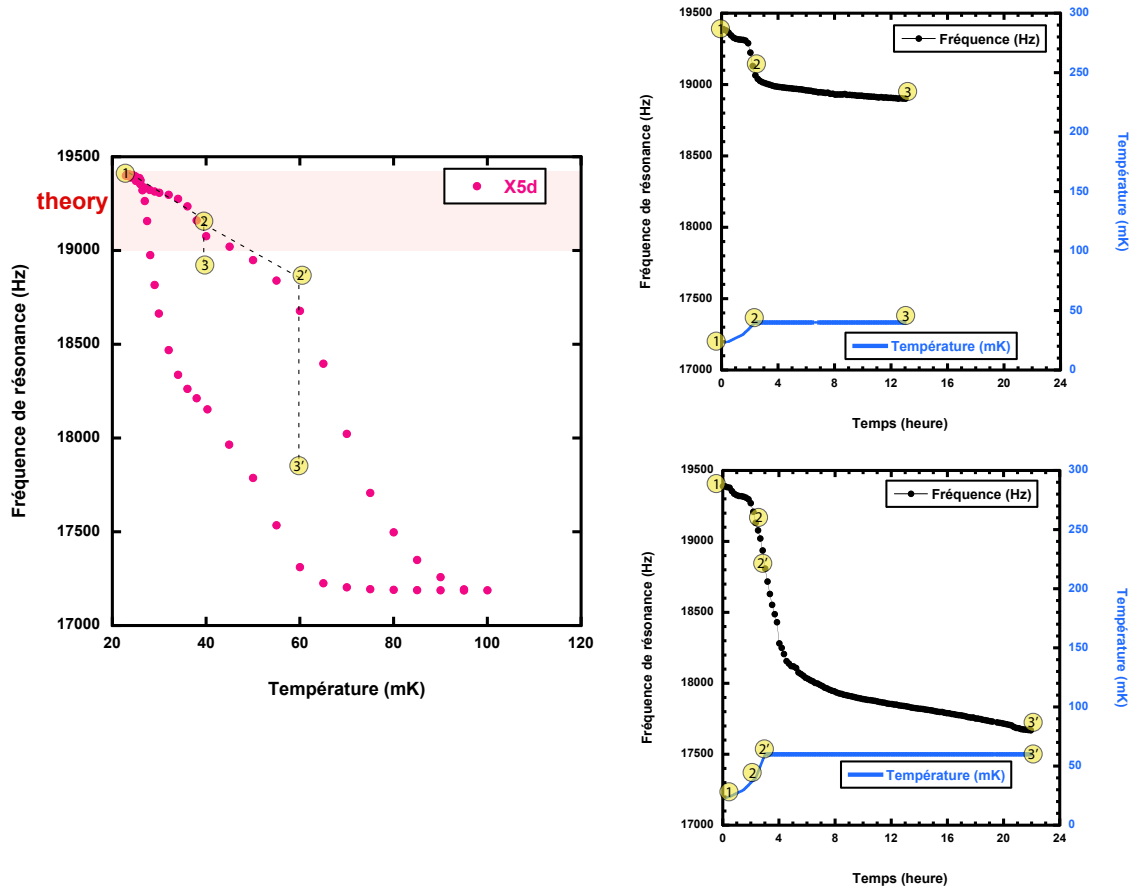


FIGURE 3.54 – Etude de la relaxation temporelle de la fréquence dans le cristal X5c à 40 et 60 mK (voir texte).

X5c et X5d est due à au fait que le cycle en température (4h pour la montée et 4h pour la descente) ne laisse pas le temps au système d’atteindre son état d’équilibre.

On présente Fig. 3.53(a) l’ajustement de la relaxation démarrante à ~ 25 mK et Fig. 3.53(b) et de celle démarrante à ~ 35 mK pour la mesure où l’on a augmenté la température jusqu’à 60 mK. Nous ajustons la première relaxation démarrante à 25 mK (voir (Fig. 3.53(a))) par une exponentielle avec un temps de relaxation $\tau_1 \simeq 32$ min, nous n’avons pas suffisamment de points pour analyser plus en détails cette relaxation. En revanche pour la deuxième relaxation démarrante à 35 mK (voir Fig. 3.53(b)) nous avons pris des mesures pendant près de 20 h. Nous observons ainsi que la relaxation temporelle est différente d’une exponentielle décroissante seulement. Nous observons que cette courbe peut être ajustée par une somme de deux fonctions exponentielles ayant des temps de relaxation très différents ($\tau_1=92$ min et $\tau_2=27$ h). Nous obtenons cet ajustement en supposant connue, la fréquence finale de la relaxation (ici 17.4 kHz). Cependant nous ne savons pas où cette relaxation est sensée se finir et nous ne pouvons donc pas espérer être très précis sur ces différents temps de relaxation. Il est tout de même possible de dire que 2 temps de relaxations très différents apparaissent, un de l’ordre de 1 heure et l’autre de l’ordre de la dizaine

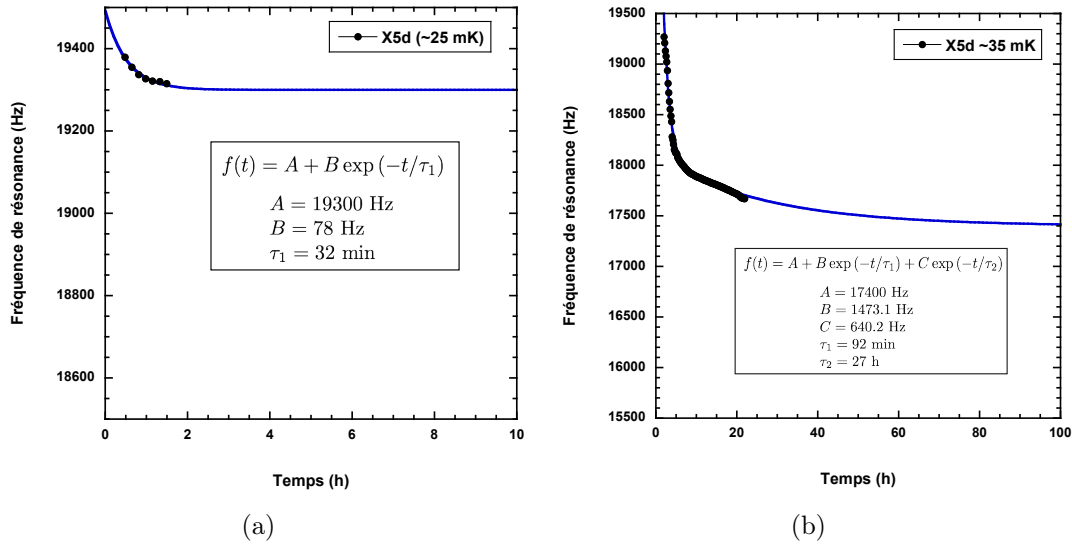


FIGURE 3.55 – Relaxations temporelles de la fréquence de résonance du cristal X5b, depuis des états rigides vers des états plus mou (voir texte).

d'heures. Nous avons obtenu qualitativement les mêmes résultats pour l'ajustement des données de la courbe où la température avait été réglée à 40 mK. Nous obtenons en ajustant ces données par une somme de deux exponentielles les temps $\tau_1 = 22$ min et $\tau_2 = 34$ h.

Nous avons essayé de trouver quelle pouvait être l'origine de ces temps de relaxation extrêmement longs. On calcule l'ordre de grandeur du temps typique $\tau_{s \rightarrow d}$ que met un atome ^3He en mouvement balistique à trouver une dislocation. On suppose pour cela que les atomes ^3He se déplacent dans le solide ^4He à la vitesse $v_3^s \simeq 0.4$ mm/s (voir annexe C).

$$\tau_{s \rightarrow d} = \frac{a}{v_3^s} \frac{V_s}{V_d} \quad (3.97)$$

où $a = 3 \text{ \AA}$ est la distance interratomique, $V_s = 2368.3 \text{ mm}^3$ le volume de solide et $V_d = \Lambda(3a)^2$ le volume de dislocations. En prenant une densité de dislocations Λ de l'ordre de 10^3 , ce qui est un ordre de grandeur raisonnable pour des cristaux de basse qualité, on trouve :

$$\tau_{s \rightarrow d} \simeq 2.2 \times 10^3 \text{ s} \quad (3.98)$$

soit un temps caractéristique de l'ordre de 37 min. Il s'agit d'un calcul très simple où l'on considère que les dislocations sont uniformément réparties dans le cristal. Ce temps pourrait être plus long, par exemple, avec une structure mosaïque du cristal et donc une majorité de dislocations non uniformément réparties dans le cristal.

Les temps caractéristiques de l'ordre de la dizaine d'heures n'ont pas été observés dans des polycristaux n'étant pas en contact avec du liquide. Nous avons pensé que ce temps long pouvait provenir du ralentissement induit par la mise à l'équilibre de la concentration en ^3He dans le liquide et le solide. Les régions liquides se trouvant dans de petites fentes de la cellule, les impuretés ^3He doivent mettre un certain temps pour les trouver. On calcule le temps caractéristique que met un atome ^3He

en mouvement balistique à la vitesse v_3^s dans le solide pour trouver une région liquide.

$$\tau_{s \rightarrow l} = \frac{4V_s}{A_{ls}v_3^s} \quad (3.99)$$

où $A_{ls} = 6 \text{ mm}^2$ est l'aire de l'interface liquide-solide dans la cellule (voir section 3.3.1.1), d'où :

$$\tau_{s \rightarrow l} \simeq 3.9 \times 10^3 \text{ s} \quad (3.100)$$

soit un temps caractéristique inférieur au temps observés de 20 à 30 h. À partir de ces calculs d'ordre de grandeur il est difficile de déterminer quel phénomène physique ralentit la dynamique du système.

Une autre possibilité pour expliquer cette lente dérive de la fréquence à 40 et 60 mK serait que l'amplitude du champ acoustique dans la cellule était trop important et qu'à chaque passage par la résonance le champ de contrainte dans la cellule soit suffisant pour décrocher des impuretés ³He des dislocations. Cette dernière possibilité corroborée par les mesures en amplitude à différentes températures réalisées sur ces cristaux dans la section suivante 3.4.6. Ces mesures montrent qu'à 60 mK, la plus petite amplitude de contrainte utilisée est déjà supérieure à la contrainte seuil. Pour pouvoir trancher, sur une hystérésis dynamique ou intrinsèque à la physique du piégeage, il faudrait refaire ces mesures à plus faible amplitude.

3.4.6 Etude en amplitude de monocristaux de même orientation et de différentes qualités

Nous avons réalisé des études en amplitude dans les cristaux X5a, b, c, d, en mesurant la fréquence de résonance des cristaux en fonction de la tension appliquée sur la céramique $U_0 = 2$ à 100 mV rms. Cette tension appliquée produit un déplacement de la face avant du transducteur dans la direction z , $\delta z \simeq 1.6 \cdot 10^{-3}$ à 0.08 \AA rms. Nous avons réalisé des cycles en amplitude, en augmentant progressivement l'amplitude de la tension sinusoïdale de 2 à 100 mV rms puis en descendant l'amplitude à nouveau jusqu'à 2 mV rms. Ces cycles en amplitude ont été réalisés de la même façon pour tous les cristaux étudiés. Les mesures sont faites aux mêmes tensions d'excitation et le temps total de chaque cycle est d'environ 1 h. Nous présentons Fig.3.56 les résultats obtenus pour le cristal X5c à trois températures différentes (23 mK, 60 mK et 200 mK). Nous avons obtenu ces données en suivant la courbe supérieure de l'hystérésis du cristal X5c (voir Fig. 3.45). Nous avons réalisé un cycle à 23 mK dans l'état rigide du cristal, trois cycles successifs à 60 mK dans la transition puis un cycle à 200 mK dans l'état mou du cristal. La valeur du coefficient c_{44} , en ordonnée, est obtenue à partir de la fréquence de résonance du cristal et la contrainte maximale est obtenue à partir de l'amplitude de la résonance $U_{mes}(\omega_0)$. On rappelle que la contrainte maximale à la résonance est donnée par :

$$|\sigma_{max}| = \frac{U_{mes}(\omega_0)}{\omega_0 A_{pzt} d_{33} \text{ G}} \quad (3.101)$$

On observe Fig.3.56 que dans l'état rigide du cristal, à 23 mK, le coefficient c_{44}

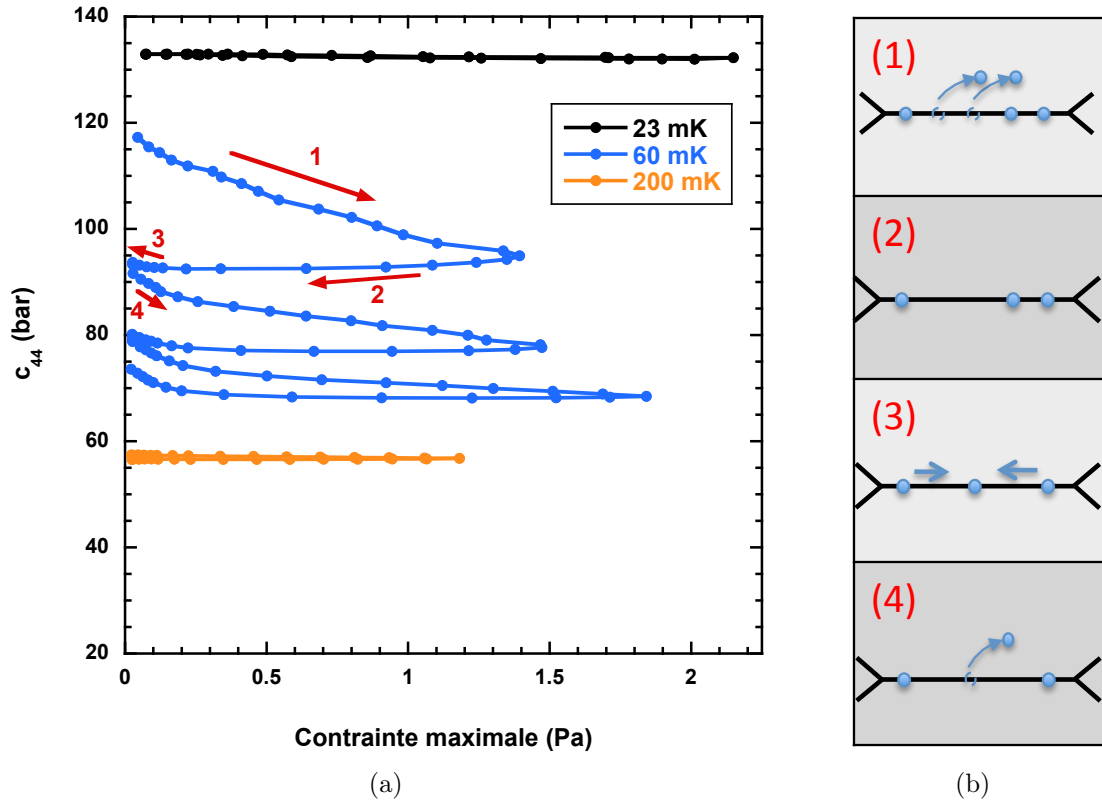


FIGURE 3.56 – c_{44} en fonction de la contrainte maximum à la résonance pour différentes températures

est pratiquement constant en fonction de la contrainte maximale appliquée. D'après Iwasa [42], la force critique qui permet de décrocher un ^3He d'une ligne de dislocation est :

$$F_c = \left(\frac{\partial W_0}{\partial x} \right)_{max} \quad (3.102)$$

où $W_0(x)$ représente le potentiel de liaison de l'atome ^3He sur la dislocation. En prenant pour simplifier un puits de potentiel quadratique de largeur 3 \AA et de profondeur 0.7 K , on trouve une force critique F_c :

$$F_c \simeq 10^{-13} \text{ N} \quad (3.103)$$

Supposons qu'on applique une contrainte σ sur une dislocation, la force F qui s'exerce sur les impuretés piégées sur la ligne dépend de la distance moyenne entre impuretés L_i , la formule de Granato-Lücke donne :

$$F = \frac{8b\sigma}{\pi} L_i \quad (3.104)$$

On trouve ainsi la contrainte critique σ_c de décrochement des impuretés ^3He de la dislocation :

$$\sigma_c = \frac{\pi F_c}{8bL_i} \quad (3.105)$$

La longueur L_i est inversement proportionnelle à la concentration en impuretés ^3He sur les dislocations laquelle dépend de la température. Cette concentration dépend aussi de l'équilibre des concentrations en ^3He dans le liquide et le solide. En fonction de la vitesse de refroidissement pour atteindre 23 mK et du niveau de vibrations mécaniques lors de la descente en température, la quantité d'hélium 3 qui se piège sur les dislocations est différente. Le fait de trouver un état rigide à 23 mK signifie que les dislocations sont saturées en ^3He . La distance L_i est donc très faible et la contrainte critique inversement proportionnelle à L_i est grande. La rigidité du cristal est conservée à 23 mK même aux plus fortes contraintes utilisées, c'est le signe que la contrainte critique n'est pas atteinte dans nos mesures qui vont jusqu'à ~ 2 Pa ($20 \mu\text{bar}$).

En revanche à 60 mK, les fluctuations thermiques sont plus importantes, la distance entre impuretés ^3He est plus grande et la contrainte critique plus faible. En réalisant 3 cycles en amplitude (durée totale ~ 3 h) à cette température, on observe que la valeur du coefficient c_{44} atteint ~ 80 bar (ou $f=17.75$ kHz). Cette valeur de la rigidité avait été atteinte en 20 h lors de l'étude des relaxations temporelles dans le cristal X5d de la section précédente (voir Fig.3.54). On constate que les cycles successifs en amplitude à 60 mK accélèrent le dépiégeage des dislocations. Pour les mesures de relaxations temporelles précédentes, nous avons utilisé une faible tension d'excitation (2 mV) et l'amplitude de la contrainte à résonance était de l'ordre de $0.1 \mu\text{bar}$. Il s'agit de la plus petite amplitude de contrainte que nous ayons utilisée dans toutes nos mesures. Nous observons Fig. 3.56 que la tension utilisée dans les expériences précédentes était manifestement suffisante pour décrocher des impuretés ^3He à 60 mK. Les monocristaux que nous avons étudiés ont une contrainte critique très faible aux températures situées dans le milieu de la transition. Ces résultats montrent qu'une amélioration de notre système de mesure doit être apportée afin de pouvoir mesurer de plus faibles contraintes.

On constate également Fig.3.56(a) que la diminution de c_{44} et donc le dépiégeage des dislocations se fait essentiellement lors de l'augmentation de l'amplitude, ce qui se voit particulièrement entre les flèches 1 et 2 d'une part et les flèches 3 et 4 d'autre part. Pour expliquer cet effet nous proposons le scénario suivant (les points 1,2,3 et 4 correspondent aux points de Fig. 3.56) :

1. Le champ de contrainte étant inhomogène dans la cavité, lorsqu'on augmente la contrainte maximale, les atomes ^3He des lignes de dislocation se dépiègent préférentiellement là où l'amplitude du champ de contrainte est la plus importante, c'est-à-dire près des bords de la cellule. On présente Fig. 3.57 un calcul numérique par éléments finis du champ de contrainte du premier mode de résonance.

Les dislocations peuvent vibrer en partie seulement et le coefficient c_{44} diminue.

2. Lorsqu'on commence à diminuer la contrainte maximale, les fluctuations thermiques à cette température empêchent le repiégeage des atomes ^3He et le coefficient c_{44} reste pratiquement constant.
3. À suffisamment basse contrainte, les atomes ^3He migrent le long des lignes de dislocation et repeuplent les régions du cristal de forte amplitude de champ

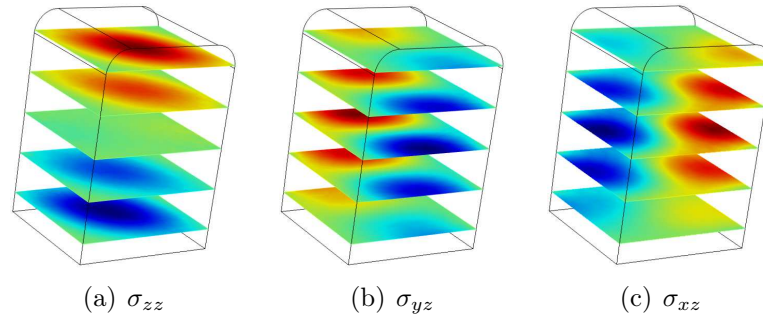


FIGURE 3.57 – Calcul numérique par éléments finis du champ de contrainte du premier mode de résonance. On présente les composantes σ_{zz} , σ_{xz} et σ_{yz} du tenseur des contraintes où x, y et z sont les axes de la cellule acoustique.

de contrainte. Le nombre d'atomes ^3He étant constant sur tout le réseau de dislocations, c_{44} ne varie pratiquement pas.

4. La migration des atomes ^3He permet, lorsqu'on augmente à nouveau la contrainte maximale, le dépiégeage des régions où l'amplitude du champ de contrainte est importante. c_{44} diminue avec une pente plus grande.

Nous interprétons ce changement de pente entre les situations (3) et (4) comme une indication que les impuretés ^3He peuvent migrer le long des lignes de dislocations à 60 mK. Afin de vérifier l'hypothèse de migration des atomes ^3He le long des lignes de dislocation, nous avons répété ces cycles en amplitude dans les cristaux de bonne qualité : X5a et X5b. Ces cristaux sont plus sensibles aux contraintes, nous avons vu section 3.4.4.3 que le bruit mécanique du pot 1K suffisait à ramollir le cristal X5b. Nous avons réalisé deux cycles en amplitude à 23 mK et nous pouvons observer Fig. 3.58 que c_{44} diminue lorsque la contrainte maximale augmente, ce qui montre le dépiégeage des atomes ^3He des dislocations à 23 mK. Cependant, nous n'observons pas de différence de pente entre la fin du premier cycle en amplitude et le début du deuxième dans les cristaux X5a et X5b ce qui est différent du résultat obtenu à 60 mK dans le cristal X5c. Apparemment la migration ne se fait pas le long des lignes de dislocations dans les cristaux X5a et X5b à 23 mK. Cette migration pourrait donc être un mouvement thermiquement activé par dessus des barrières d'énergie le long des dislocations. L'existence de ces barrières d'énergie est cohérente avec celle d'une distribution d'énergie de liaison d'un atome ^3He sur une dislocation qui apparaît dans l'article de Syshchenko *et al.* [68].

Par ailleurs, on observe pour tous ces cristaux qu'à 200 mK, le coefficient c_{44} ne varie pas avec l'amplitude de l'excitation, ce que nous expliquons par le fait qu'à cette température il n'y a plus d'hélium 3 décrochant sur les lignes. Les lignes sont donc relativement libres de bouger et le cristal est déjà dans son état mou.

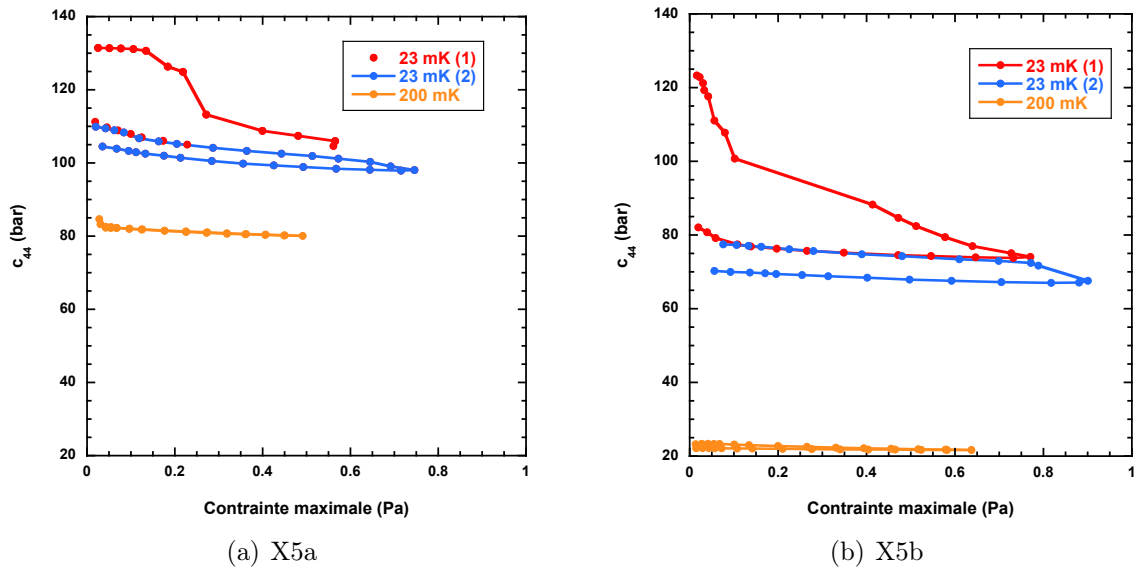


FIGURE 3.58 – c_{44} en fonction de la contrainte maximum à la résonance pour différentes température dans les cristaux X5a et X5b.

3.5 Conclusion et perspectives

Nous avons vu émerger dans les cristaux étudiés, une nouvelle physique celle de la plasticité quantique. Les études des cristaux de la série X5, de même orientation et de qualités différentes nous ont permis de mettre en évidence plusieurs résultats. Tous ces résultats sont cohérents avec le modèle du piégeage d'impuretés ^3He sur les lignes de dislocations. Les cristaux de très bonne qualité et frais de croissance (X5a) sont mous à basse température (23 mK) car ils sont aussi ultrapurs. En introduisant des impuretés ^3He à plus haute température ces cristaux montrent ensuite une augmentation de la rigidité à 23 mK par le piégeage des impuretés ^3He sur les dislocations. Suite au cycle en température à 0.97 K, on observe un état très mou du cristal, correspondant à une diminution de près de 86 % du coefficient c_{44} . Cela ne peut s'expliquer que par une organisation particulière du réseau de dislocation conduisant à une structure mosaïque du cristal. La contribution des dislocations à la déformation du cristal est considérable et implique une grande plasticité quantique de ces cristaux. Les cycles à plus haute température 1.17 et 1.40 K ont eu pour effet de désorganiser le réseau de dislocations en créant davantage de dislocations dans le solide massif. Nous avons observé dans ces cristaux une hystérésis en température jamais observée jusqu'alors. Cette hystérésis est soit due à des temps de relaxation longs (~ 100 h) soit due à la physique du piégeage elle-même. Des mesures complémentaires sont nécessaires pour pouvoir trancher sur cette question. Enfin, les études en amplitude nous ont permis d'observer la possible diffusion des impuretés ^3He le long des dislocations à 60 mK et pas à 23 mK. On pose ainsi de nouvelles questions sur le mécanisme du piégeage des dislocations par les impuretés ^3He qui sont des quasiparticules se déplaçant par effet tunnel dans le solide massif et serait aussi des particules classiques diffusant entre les puits de potentiels

situés le long des lignes de dislocation. Les expériences que nous avons réalisées se situent au commencement de cette physique nouvelle et de nombreuses améliorations expérimentales pourraient être apportées. À l'avenir, il faudrait faire une étude en température plus complète de tous ces phénomènes. Si l'on veut être plus quantitatif, ces mesures devront être refaites avec de plus faibles contraintes acoustiques et en prenant en compte les temps de relaxation aux différentes températures et dans les différents échantillons. Il faudra aussi mesurer la densité de dislocations avec précision. On pourrait également penser à d'autres géométries de cellules acoustiques n'ayant pas de fente permettant au liquide de rester à la fin de la croissance de monocristaux. En refaisant l'expérience du cristal frais de croissance sans présence de liquide et donc à concentration en ^3He fixée, on pourrait trancher sur l'hypothèse de Kuklov d'une transition rugueuse des dislocations. Par ailleurs, une étude numérique plus précise des modes de résonance dans les cristaux d'hélium, nous permettrait de connaître les champs de contrainte dans la cavité. En étudiant plusieurs modes de résonance et différentes orientations cristallines, on pourrait déterminer quels sont les coefficients élastiques qui présentent une anomalie. Enfin, en étudiant les modes de résonance des cellules expérimentales, on pourrait construire une cellule qui n'a pas de modes de résonance proche des modes de résonance des cristaux. Cela nous permettrait entre autres de mesurer la dissipation dans les cristaux ^4He . Pour progresser, l'équipe de l'ENS va recevoir le Professeur J. Beamish en 2011-2012. Dans cette optique, une expérience de mesure directe des coefficients élastiques dans les monocristaux est en préparation. Cette mesure sera intéressante car elle permettra de mesurer les coefficients élastiques séparément. De plus, elle permettra de faire varier la fréquence de l'excitation sur une large gamme. Ces perspectives devraient permettre d'avoir une meilleure compréhension des mécanismes microscopiques de la plasticité quantique.

Chapitre 4

Mesures d'oscillateur de torsion dans les cristaux ^4He

Il a été montré que l'anomalie de rotation et l'anomalie d'élasticité ont la même dépendance en fonction de la température et de la concentration des cristaux en ^3He (voir chapitre 1). Ces anomalies sont sensibles au désordre cristallin qui est plus difficile à mesurer que la concentration en ^3He . L'anomalie élastique trouve une explication en terme de piégeage de dislocations par les impuretés ^3He . Nos résultats obtenus dans les expériences de mesures acoustiques sur des monocristaux de différentes qualités et puretés cristallines ont illustré la remarquable plasticité quantique de ces cristaux d'hélium (voir chapitre 3). Nous avons notamment observé dans nos cristaux ultrapurs et de très bonne qualité cristalline, une variation importante du coefficient élastique c_{44} , probablement due à une coopération des lignes de dislocation dans des joints de grains de faible désorientation. En ce qui concerne la relation entre le ramollissement des cristaux d'hélium et la possible transition supersolide, il a été proposé [129] que le cœur des dislocations est superfluide seulement si elles sont piégées par les atomes d'hélium 3. Afin de vérifier cette hypothèse en étudiant une éventuelle anomalie de rotation dans nos monocristaux, nous avons débuté une collaboration avec l'équipe américaine de M. W. Chan, de l'Université de Penn State en Pennsylvanie. Dans le but d'observer la croissance et de mesurer l'orientation de monocristaux d'hélium, nous avons mis en place une expérience d'oscillateur de torsion transparent. Nous décrivons le dispositif expérimental puis nous présentons les résultats que nous avons obtenus par deux méthodes de mesure différentes. Ces résultats ne permettent pas de conclure complètement sur la question posée mais remettent en question la nature de l'anomalie de rotation observée dans les autres oscillateurs de torsion.

4.1 Dispositif expérimental

4.1.1 Principe de la méthode

La technique expérimentale de l'oscillateur de torsion est bien connue et est expliquée dans de nombreux ouvrages, on pourra par exemple consulter le chapitre

4.2 du livre de Richardson et Smith [130]. Nous donnons ici uniquement le principe de la méthode. Idéalement, la fréquence de résonance f_0 de l'oscillateur de torsion monomode s'écrit :

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{I}} \quad (4.1)$$

où I et K sont respectivement le moment d'inertie et la constante de raideur de l'oscillateur de torsion. Lors de la croissance du cristal, la période de résonance augmente d'une quantité $\delta P_{\text{mass loading}}$ appelée "mass loading" :

$$P = P_{\text{osc}} + \delta P_{\text{mass loading}} \quad (4.2)$$

Cette augmentation de la période correspond à une augmentation du moment d'inertie I du système :

$$I = I_0 + \delta I_{\text{mass loading}} \quad (4.3)$$

où I_0 est le moment d'inertie de l'oscillateur vide et $\delta I_{\text{mass loading}}$ le moment d'inertie du cristal d'hélium. Si une partie de la masse se découple du reste du cristal, le moment d'inertie I de l'oscillateur change et nous mesurons une variation de période $\delta P_{\text{decouple}}$. Le NCRIF (ou NCRI) représente la fraction non classique du moment d'inertie de rotation, il est utilisé dans toutes les autres expériences d'oscillateur de torsion et au premier ordre il est donné par :

$$\text{NCRIF} = \frac{\delta I_{\text{decouple}}}{\delta I_{\text{mass loading}}} \simeq \frac{\delta P_{\text{decouple}}}{\delta P_{\text{mass loading}}} \quad (4.4)$$

Il faut cependant faire attention à ne pas conclure trop vite que la variation de la période de résonance observée est la conséquence d'une partie de la masse d'hélium qui se découple du reste du système. En effet, une augmentation de la rigidité du cristal d'hélium peut aussi entraîner une diminution de la période de résonance (voir section F.1 à l'annexe F). Par ailleurs, si la cellule n'est pas parfaitement rigide, c'est-à-dire que certaines parties peuvent bouger les unes par rapport aux autres, alors l'augmentation de la rigidité du cristal d'hélium peut induire une variation de la période de résonance encore plus grande (voir section F.1 à l'annexe F). Une simulation numérique aux différences finies réalisée par H. J. Maris nous a permis de déterminer la fraction supersolide apparente induite par l'augmentation de la rigidité du cristal d'hélium dans la minibouteille, considérée comme rigide.

4.1.2 Oscillateur de torsion transparent

Un des premiers critères à prendre en compte est la géométrie de l'oscillateur, il faut que le mode de torsion soit le mode de plus basse fréquence devant tous les autres modes de vibration (pendule...). Nous utilisons une structure d'isolation mécanique qui est un filtre passe-bas et qui filtre donc les vibrations du monde extérieur. On choisit généralement une fréquence de résonance pour le mode de torsion de l'oscillateur, comprise entre 300 et 3000 Hz. En dessous de cette gamme de fréquence le niveau de bruit serait difficile à filtrer et au-dessus de cette gamme, les petites pièces composant l'oscillateur de torsion pourraient entrer en résonance et gêner la mesure

du mode de torsion. L'oscillateur a été fabriqué à l'Université de Penn State par Josh West à l'époque doctorant dans l'équipe de M. W. Chan. Nous profitons ainsi de l'expérience de cette équipe pour l'étape délicate de la réalisation de l'oscillateur de torsion, le choix des matériaux, les techniques d'assemblage, et autres subtilités expérimentales. La partie transparente de l'oscillateur (minibouteille) est collée au Stycast sur un socle dont la périphérie est en invar (faible dilatation thermique) et le fond en cuivre (bon conducteur thermique). Cet ensemble {minibouteille + socle} doit résister à une forte pression à basse température, par exemple, les cristaux réalisés à volume constant à partir du fluide normal sont crûs à partir d'une pression de l'ordre de 60 bar en dessous de 2.5 K. Afin de ne pas perdre du temps avec un oscillateur qui ne résisterait pas à cette pression à basse température, un test préliminaire est réalisé. On pressurise l'intérieur de la minibouteille avec de l'hélium gazeux à forte pression (typiquement 100 bar) à température ambiante (300 K) ainsi qu'à la température de l'azote liquide (77 K). Le montage d'une petite bouteille en saphir collé au Stycast sur un socle en invar et cuivre a passé ce test. La minibouteille en saphir est creusée dans un bloc de saphir monocristallin synthétique (Al_2O_3) puis polie sur la face interne et externe. Les dimensions de cette minibouteille en saphir sont indiquées Fig. 4.1. Nous avons opté pour cette forme cylindrique terminée par une demi-sphère avec l'orifice du capillaire de remplissage situé au point le plus haut de la minibouteille, afin que la croissance se fasse complètement. Pour plus d'explications sur l'importance de la géométrie de la cavité dans la croissance des cristaux voir chapitre 2.

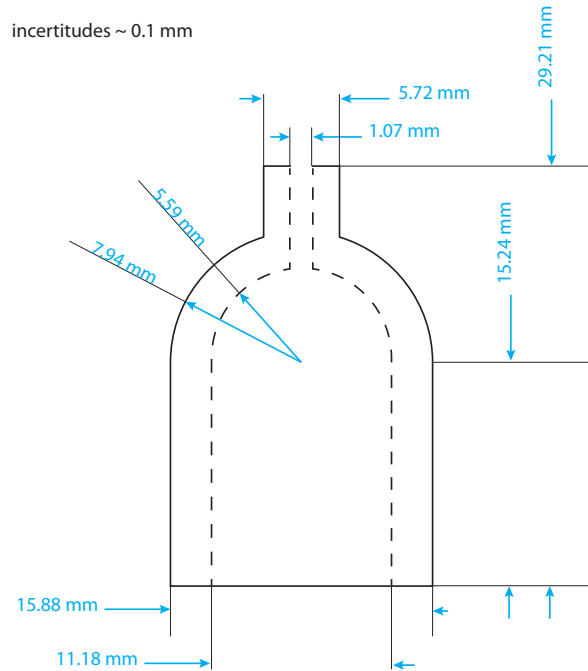


FIGURE 4.1 – Schéma de la partie transparente de l'oscillateur de torsion contenant l'hélium solide.

L'ensemble {minibouteille + socle} a ensuite été collé au Stycast sur la tige

de torsion ($l = 19.1$ mm, $\phi_{max} = 6.1$ mm, $\phi_{min} = 3.3$ mm) réalisée dans un alliage cuivre-argent. Cet alliage est moins dur que l'alliage cuivre-béryllium mais il est meilleur conducteur thermique (d'un facteur ~ 20). Cette tige de torsion est recuite à 700 °C pendant 90 min puis polie. Une paire de petites ailettes en magnésium est collée au Stycast sur la tige de torsion, une ailette est couplée capacitivement à l'électrode excitatrice et l'autre ailette à l'électrode détectrice. Ces électrodes sont deux disques de 6.4 mm de diamètre fixés sur des supports en cuivre. L'oscillateur de torsion ainsi que son système d'excitation et de détection reposent sur le socle en cuivre de la structure d'isolation du bruit mécanique. On représente Fig. 4.2, un dessin 3D agrandi de l'oscillateur de torsion et Fig. 4.3, un dessin 3D de l'ensemble complet {oscillateur de torsion + structure d'isolation du bruit mécanique}.

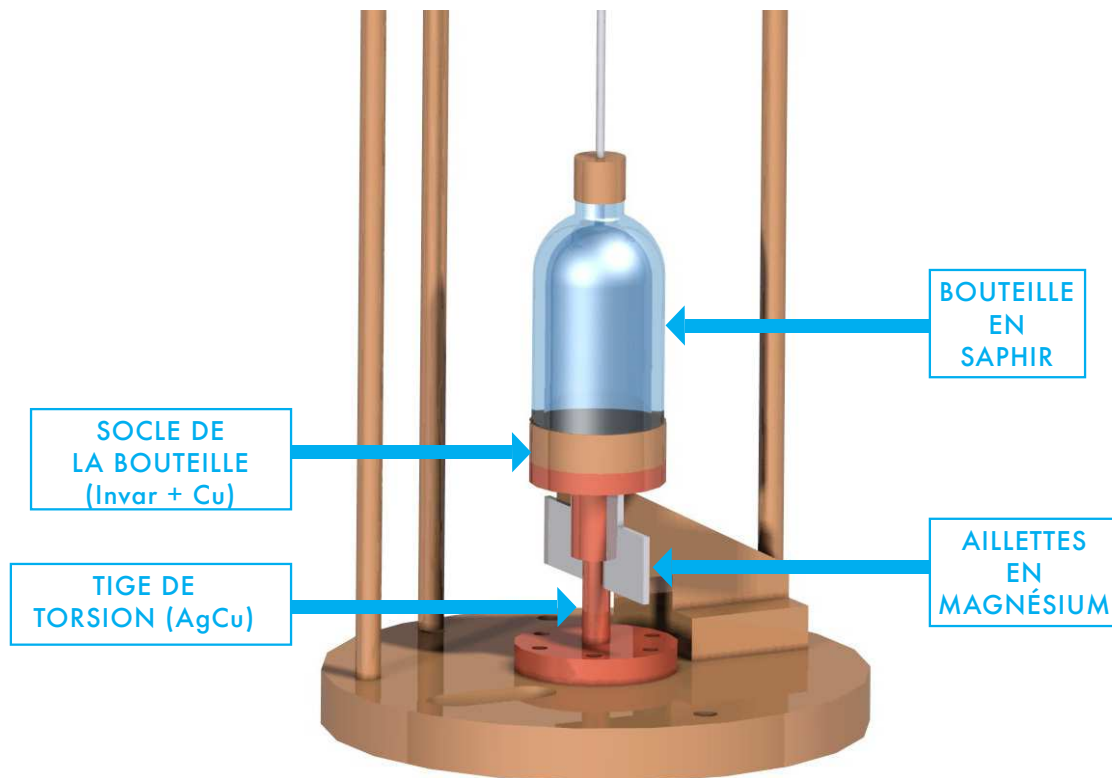


FIGURE 4.2 – Dessin 3D agrandi de l'oscillateur de torsion fixé sur le support en cuivre de la structure d'isolation mécanique (dessin réalisé par Ariel Haziot).

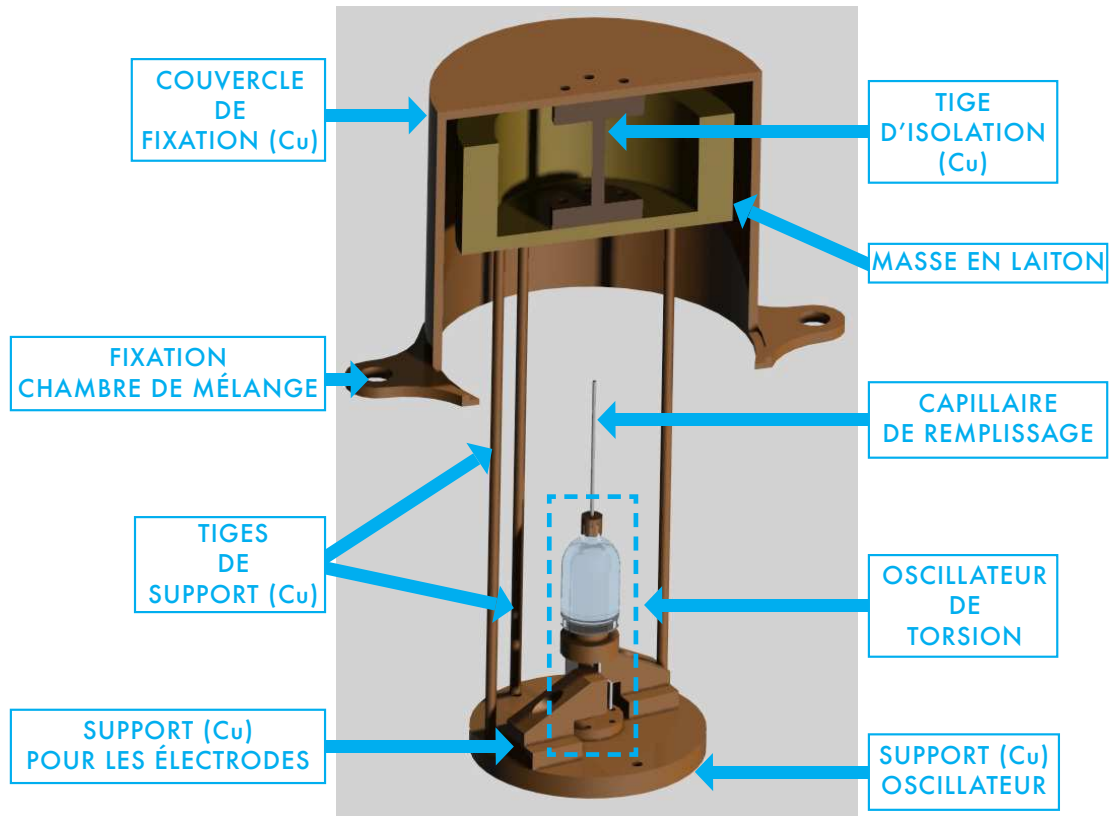


FIGURE 4.3 – Dessin 3D d’une coupe transverse de l’oscillateur de torsion et de la structure d’isolation du bruit mécanique (dessin réalisé par Ariel Haziot).

4.1.3 Isolation des vibrations mécaniques

L’amplitude des oscillations utilisées dans les mesures d’oscillateur de torsion dans l’hélium 4 solide est très faible. Les vitesses d’oscillation sont de l’ordre de quelques micromètres par seconde, à une fréquence de 1 kHz, soit une amplitude de déplacement de l’ordre de 1 nm sur le rayon intérieur de la partie cylindrique de la minibouteille. Si l’on veut obtenir un bon rapport signal sur bruit, il faut filtrer le bruit mécanique provenant de l’extérieur (laboratoire, bâtiment, rue, travaux...). La structure d’isolation du bruit mécanique a pour but de filtrer ce bruit mécanique. Celle que nous avons utilisée est constituée d’un couvercle en cuivre ($\phi_{ext} = 95.3$ mm) venant se fixer directement sur l’unité de dilution en 4 endroits (seuls 2 trous de fixations sont représentés Fig. 4.3). Une tige de torsion ($l = 25.1$ mm, $\phi = 3.6$ mm) réalisée à partir de cuivre recuit à 500 °C sous vide, pendant une heure, comporte un disque en cuivre ($\phi = 25.4$ mm, $e = 5.8$ mm) à chaque extrémité. Cette tige de torsion, en cuivre recuit, est beaucoup plus molle qu’une tige en cuivre-béryllium (BeCu) ou en cuivre-argent (AgCu) ce qui permet d’obtenir une fréquence de résonance de la structure pour le mode de torsion, relativement basse (~ 20 Hz). La tige de torsion est vissée à une masse en laiton, fixée au support en cuivre de l’oscillateur de torsion par l’intermédiaire de 4 tiges de support en cuivre ($l = 145.1$

mm, $\phi=8.0$ mm). En modifiant le poids de la masse en laiton ainsi que le poids du support en cuivre de l'oscillateur de torsion nous pouvons ajuster la fréquence de résonance du mode de torsion de cette structure. On détermine les fréquences de résonance de la structure par un calcul numérique par éléments finis. La fréquence de résonance du mode de torsion est de 20 Hz (voir Fig 4.4). Dans cette simulation aucun amortissement n'est introduit, il s'agit simplement d'un calcul permettant de trouver la fréquence de résonance. L'échelle de déplacement à droite de la figure n'a pas de sens physique, cependant le code couleur permet tout de même d'observer les régions de fort déplacement en rouge et de faible déplacement en bleu. Cette structure constitue un filtre passe-bas permettant d'éliminer le bruit mécanique à plus haute fréquence, notamment le bruit à la fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion (~ 1 kHz).

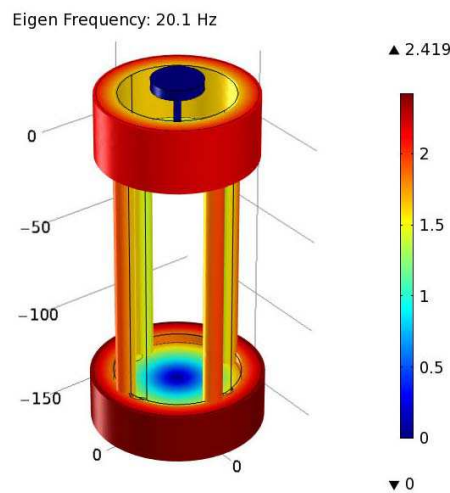


FIGURE 4.4 – Calcul numérique FEM de la structure d'isolation du bruit mécanique seule. Les régions de fort déplacement en rouge et de faible déplacement en bleu.

Est représenté Fig. 4.5 une photographie de l'oscillateur de torsion et sa structure isolante fixée sur l'unité à dilution de notre cryostat. Les fils de connexion des thermomètres et du système d'excitation et de détection de l'oscillateur de torsion sont attachés sur les tiges du support afin de ne pas obstruer l'accès optique vers la minibouteille. L'insert (b) est une photographie agrandie de la minibouteille seule et l'insert (a) est une photographie de la minibouteille que l'on voit au travers des fenêtres du premier écran thermique.

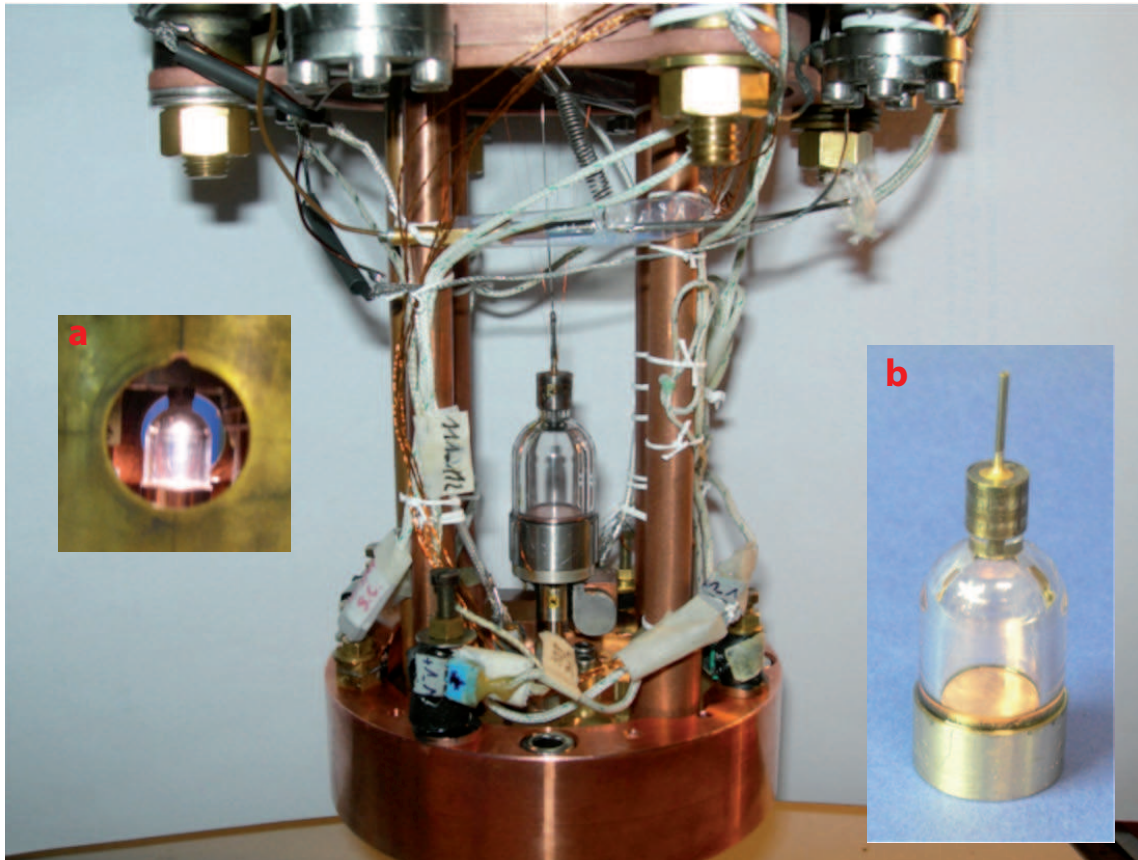


FIGURE 4.5 – Photographie de l'oscillateur de torsion et sa structure d'isolation mécanique fixée sur l'unité de dilution du cryostat.

4.2 Méthode de verrouillage de la fréquence de résonance

Nous présentons dans un premier temps le principe et les résultats de la méthode préconisée par M. W. Chan et ses collaborateurs, basée sur le verrouillage de la fréquence de résonance du résonateur par l'intermédiaire d'une boucle de rétroaction de la détection synchrone PAR 124 de chez Princeton Applied Research. Nous présentons les résultats obtenus et détaillons le travail réalisé pour optimiser la stabilité de l'oscillateur.

4.2.1 Principe de la méthode

La détection synchrone Princeton Applied Research PAR 124A associée avec le préamplificateur PAR 184 constituent le cœur du circuit de mesure. Est présenté Fig. 4.6 le circuit du montage électrique de mesure.

Les fluctuations de déplacement de l'électrode détectrice génèrent un courant qui est amplifié par le préamplificateur de courant bas bruit et basse impédance (PAR 184)

par 4. Sur le schéma de la Fig. 4.6, l'encadré en pointillé représente l'oscillateur de torsion et l'électrode noire centrale représente l'électrode qui est collée sur la tige de torsion sous la forme d'une paire de petites ailettes en magnésium. On applique sur cette électrode centrale un potentiel électrostatique ou "bias voltage" $V_0 \sim 261$ V (29 piles 9 V branchées en série). Ce potentiel électrostatique induit un couple de torsion sur l'oscillateur et permet de rendre linéaire la relation entre force et tension appliquée (détaillé plus bas). La résistance $R=500$ k Ω permet de ne pas dissiper trop d'énergie dans le cas où l'une des électrodes viendrait à toucher l'électrode centrale. En effet, si cela se produisait, le courant généré par ce court circuit I_{cc} serait faible, $I_{cc} = V_0/R \simeq 1$ mA. La constante de temps τ du circuit RC constitué par la résistance de protection et la capacité des électrodes est de l'ordre de $\tau \simeq 0.5$ μ s. Cette constante de temps est faible devant la constante de temps de l'oscillateur de torsion, comprise entre 35 et 105 s, pour un facteur de qualité compris entre 100000 et 300000. L'ajout de cette résistance ne modifie donc pas la mesure de l'oscillateur de torsion.

Lorsqu'une tension $V_e \exp i\omega t$ est appliquée sur la branche d'excitation, une force électrostatique est générée et met en mouvement l'oscillateur. Cette force dérive de l'énergie potentielle électrostatique E_p du condensateur plan formé par l'électrode excitation et l'électrode centrale.

$$E_p = \frac{1}{2} C_e V^2 \quad (4.5)$$

où $V = V_0 - V_e \exp i\omega t$ est la tension électrique totale entre l'électrode centrale et l'électrode excitatrice. La capacité électrique C_e du condensateur plan est donné par :

$$C_e = \frac{\epsilon_0 S}{x_e} \quad (4.6)$$

où ϵ_0 est la permittivité du vide, $S=32.2$ mm² la surface des électrodes et $x_e \sim 100$ μ m la distance entre l'électrode excitatrice et l'électrode centrale. La force électrostatique est donc :

$$F = -\frac{\partial E_p}{\partial x_e} \quad (4.7)$$

$$F = \frac{C_e}{2x_e} V^2 \quad (4.8)$$

Dans nos expériences V_e est une tension sinusoïdale à la pulsation ω , d'amplitude de l'ordre du millivolt, on a donc $|V_0| \gg |V_e|$. Au premier ordre en V_e , on trouve :

$$F(t) \simeq \frac{C_e V_0^2}{2x_e} - \frac{C_e V_0 V_e}{x_e} \exp i\omega t \quad (4.9)$$

où la capacité C_e est comprise entre 2 et 3 pF. La force totale est donc composé d'une composante statique F_s d'une composante oscillante F_e :

$$F(t) = F_s + F_e \exp i\omega t \quad (4.10)$$

L'ordre de grandeur de l'amplitude de la force statique sur l'électrode excitatrice est $F_s \sim 100 \mu\text{N}$ induisant un couple de torsion de l'ordre de $8 \mu\text{N.m}$, la force étant appliquée à une distance à l'axe de torsion $R_{aile} = 7.62 \text{ mm}$. L'ordre de grandeur de l'amplitude de la force oscillante est $F_e \sim 23 \text{ nN}$ soit un couple de torsion de l'ordre de 0.2 nN.m . Cette force excitatrice oscillante à la pulsation ω met en mouvement l'oscillateur de torsion et la distance x_d entre l'électrode centrale et l'électrode détectrice oscille à la même pulsation ω avec une phase $\phi_0(\omega)$. La distance $x_d(t)$ s'écrit :

$$x_d(t) = x_d^0 + \delta x_d \exp i(\omega t + \phi_0(\omega)) \quad (4.11)$$

Cet oscillation génère un faible courant I aux bornes du condensateur plan formé par l'électrode détectrice et l'électrode centrale.

$$I(t) = \frac{dQ_d}{dt} = \frac{d(C_d V_0)}{dt} = V_0 \frac{d}{dt} \left(\frac{S \epsilon_0}{x_d^0 - \delta x_d \exp i(\omega t + \phi_0(\omega))} \right) \quad (4.12)$$

En faisant l'approximation $\delta x_d \ll x_d^0$, on trouve au premier ordre en δx_d :

$$I(t) = i\omega C_d V_0 \frac{\delta x_d \exp i(\omega t + \phi_0(\omega))}{x_d^0} \quad (4.13)$$

Ce courant $I(t)$ est amplifié par le préamplificateur (PAR 184) dont le gain est G_{pa} puis par la détection synchrone (PAR 124) dont le gain est G_{det} . La détection synchrone verrouille la fréquence de référence sur la fréquence de résonance de l'oscillateur et l'on mesure sur le voltmètre 2 (Keithley meter 2000) la sortie DC de la détection synchrone qui affiche $10 \times V_{mes}(\omega_0)$ avec :

$$V_{mes}(\omega_0) = I(\omega_0) \cdot G_{pa} \cdot G_{det} \quad (4.14)$$

On peut ainsi déterminer l'amplitude du déplacement δx_d :

$$\delta x_d = \frac{V_{mes}(\omega_0) S \epsilon_0}{G_{pa} G_{det} V_0 (C_d)^2 \omega_0} \quad (4.15)$$

ainsi que la vitesse des oscillations δv_d :

$$\delta v_d = \omega_0 \delta x_d = \frac{V_{mes}(\omega_0) S \epsilon_0}{G_{pa} G_{det} V_0 (C_d)^2} \quad (4.16)$$

et l'accélération δa_d :

$$\delta a_d = \omega_0 \delta v_d = \omega_0 \frac{V_{mes}(\omega_0) S \epsilon_0}{G_{pa} G_{det} V_0 (C_d)^2} \quad (4.17)$$

Ces grandeurs correspondent à l'amplitude de déplacement, à la vitesse des oscillations et à l'accélération sur les ailettes. On peut facilement les calculer sur le rayon intérieur de la bouteille en multipliant par le rapport du rayon intérieur de la bouteille $R_{int} = 5.59 \text{ mm}$ par la distance à l'axe du centre des l'électrodes $R_{aile} = 7.62 \text{ mm}$. On obtient alors par exemple pour δx_{rim} :

$$\delta x_{rim} = \delta x_d \frac{R_{int}}{R_{aile}} \quad (4.18)$$

Nous pouvons aussi obtenir le facteur de qualité du résonateur en mesurant son temps de relaxation. Pour cela, il suffit d'exciter l'oscillateur à résonance puis de débrancher la branche d'excitation et de mesurer la diminution de l'amplitude en fonction du temps. On ajuste ensuite les données par une exponentielle et on obtient le temps de relaxation τ . Le facteur de qualité est donné par $Q=\pi f_0\tau$, où f_0 est la fréquence de résonance de l'oscillateur.

Ordres de grandeur : Les capacités électriques C_e et C_d valent entre 2 et 4 pF, les espaces entre les électrodes x_e^0 et x_d^0 sont donc de l'ordre de 100 μm . Lorsque l'oscillateur de torsion est vide, en utilisant une tension d'excitation $V_e \simeq 2.9$ mV, on obtient typiquement à 10 mK, une fréquence de résonance de 906 Hz et un facteur de qualité de 260000. Les valeurs obtenues pour l'amplitude de déplacement, la vitesse et l'accélération sont données dans le tableau suivant :

V_e	G_{pa}	G_{det}	$V_{mes}(\omega_0)$	$I(\omega_0)$	δx_{rim}	δv_{rim}	δa_{rim}
2.9 mV	10^8	100	1.4 V	140 pA	2.8 nm	16 $\mu\text{m/s}$	92 mm/s^2

L'amplitude de déplacement $\delta x_{rim}=2.8$ nm correspond à une amplitude de déplacement de l'électrode $\delta x_d=3.8$ nm, ce qui est très petit devant la distance entre électrodes ($x_d^0 \sim 100\mu\text{m}$). On voit que l'approximation $\delta x_d \ll x_d^0$ est justifiée.

4.2.2 Résultats de mesures : cellule vide

La fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion vide a une certaine dépendance en température qui dépend essentiellement de la dépendance en température de la rigidité des matériaux utilisés. Avant de pouvoir mesurer une anomalie de rotation dans les cristaux d'hélium, nous devons faire des mesures en température de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de l'oscillateur de torsion vide. Dans l'idéal, on soustrait ensuite le signal de référence de l'oscillateur vide du signal mesuré lorsque l'oscillateur contient un cristal d'hélium. Nous décrivons les résultats obtenus dans cet oscillateur de torsion vide.

Les mesures sont réalisées à amplitude de tension d'excitation V_e constante, le facteur de qualité de l'oscillateur vide ayant une dépendance en température, la vitesse d'oscillation varie lors de la mesure en température. La vitesse donnée dans la légende de la Fig. 4.7(a) correspond à la vitesse d'oscillation prise sur le cercle de rayon intérieur de la minibouteille, que l'on moyenne sur la gamme de température où le facteur de qualité est quasiment constant (entre 200 et 300 mK). La variation de période mesurée étant de l'ordre de quelques nanosecondes sur une période de résonance de 1.1 ms, on soustrait $P^*=1.1$ ms de la période P mesurée pour ne pas alourdir la lecture de l'axe vertical. Il arrive que d'une mesure de température à l'autre la dépendance en température de la période soit globalement déplacée de quelques nanosecondes suite à un transfert d'hélium ou d'azote. Nous avons corrigé ceci en appliquant une translation à toutes les courbes de manière à ce qu'elles se superposent dans la partie linéaire à haute température (entre 200 et 300 mK). Sont présentées Fig. 4.7, des mesures de période et du facteur de qualité de l'oscillateur de torsion vide en fonction de la température pour différentes vitesses d'oscillation.

Toutes les courbes sont obtenues en descente en température, de 300 mK à 10 mK. La durée totale de la mesure est d'environ 12 h, à raison de 30 min par palier de température. La température pour ces mesures et pour toutes les suivantes est celle du thermomètre au carbone (voir chapitre 2).

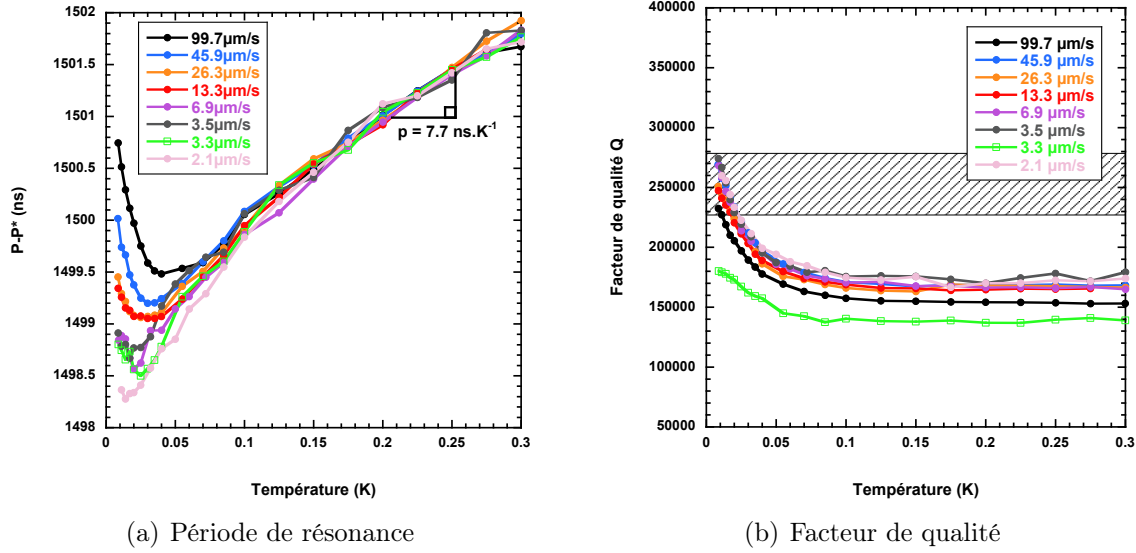
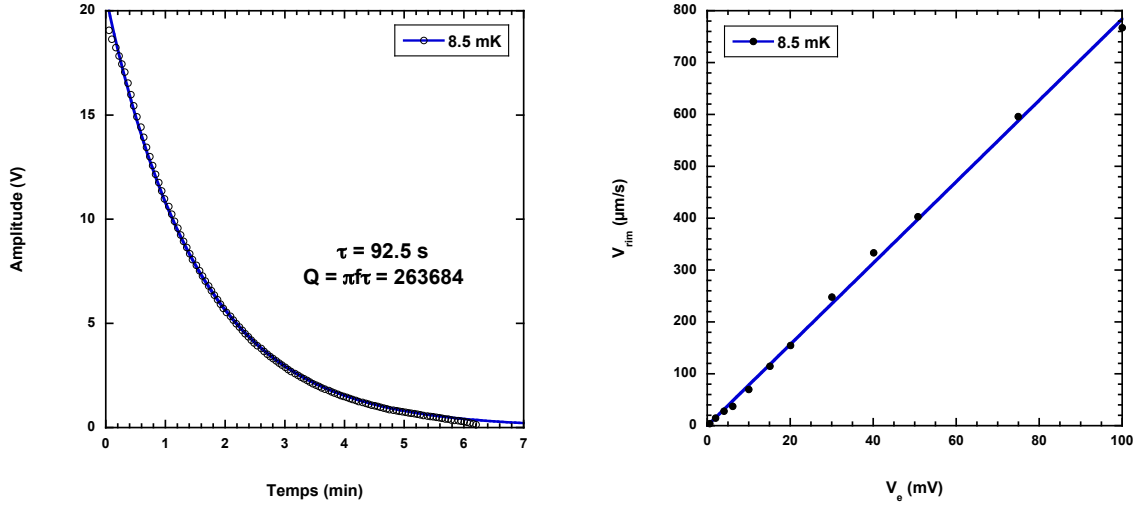


FIGURE 4.7 – Descentes en température à différentes vitesses d'oscillation.

On observe Fig. 4.7(a) que la dépendance en température de la période est quasiment linéaire jusqu'à environ 50 mK avec une pente de 7.7 ns.K^{-1} . En dessous de 50 mK, on voit apparaître un "crochet" à forte amplitude d'oscillation. Par ailleurs, cette remontée de la période à basse température est d'autant plus grande que l'amplitude d'oscillation est grande. Une variation de la période de résonance en fonction de l'amplitude est le signe d'un effet non linéaire dans l'oscillateur de torsion. Cet effet a déjà été observé par les personnes utilisant la méthode de l'oscillateur de torsion (par exemple [21]) et il serait lié aux propriétés mécaniques des matériaux utilisés pour la fabrication de l'oscillateur de torsion. Les courbes Fig. 4.7(b) montrent la dépendance en température du facteur de qualité à différentes vitesses. Ces courbes sont obtenues en mesurant l'amplitude de la résonance qui est proportionnelle au facteur de qualité, en fonction de la température. On observe que pour toutes les courbes de la Fig. 4.7(b), le facteur de qualité est constant jusqu'à 100 mK puis augmente en dessous de cette température. Nous n'observons pas de dépendance en l'amplitude particulière du facteur de qualité. En revanche on observe que parfois le facteur de qualité s'effondre. La courbe à $3.3 \mu\text{m/s}$ (verte) de la Fig. 4.7 est présentée à titre d'exemple. Cette courbe du facteur de qualité est très éloignée des autres courbes à basse température. Par ailleurs, nous avons observé qu'en secouant légèrement le cryostat à basse température, le facteur de qualité de ce type de courbes pouvait sauter brusquement à une valeur haute. Ce manque de stabilité de l'oscillateur (discuté à la section 4.2.4) a entraîné un manque de reproductibilité dans les résultats et nous avons donc dû réaliser de nombreuses mesures et améliorer considérablement la stabilité mécanique du cryostat pour dégager des résultats

reproductibles donc fiables.

Nous avons réalisé une étude de la linéarité de l'oscillateur de torsion à 8.5 mK et à 300 mK en mesurant le facteur de qualité et l'amplitude des oscillations en fonction de la tension appliquée V_e allant de 1 à 100 mV. Le facteur de qualité ne dépend pas de la tension d'excitation mesurée et nous présentons Fig. 4.8(a), un exemple d'une mesure du temps de relaxation de l'amplitude de l'oscillateur à une tension d'excitation $V_e=30$ mV, à 8.5 mK.



(a) Temps de relaxation de l'amplitude de la résonance

(b) Régime linéaire de l'oscillateur

FIGURE 4.8 – Etude des effets de l'amplitude sur l'oscillateur.

La Fig. 4.8(b) présente la linéarité de l'amplitude des oscillations jusqu'à une vitesse de 800 $\mu\text{m/s}$ obtenue pour une tension d'excitation de 100 mV. Nous ne pouvons pas interpréter les mesures de la période en fonction de la tension d'excitation car à chaque variation de la tension d'excitation la période saute brusquement d'une quantité aléatoire. Du point de vue de l'amplitude, l'oscillateur reste linéaire jusqu'à de fortes tensions d'excitation. La période quant à elle montre un effet non linéaire à faible tension d'excitation en dessous de 50 mK (voir Fig.4.7(a)). L'amplitude de cet effet non linéaire varie d'un oscillateur de torsion à l'autre et les mécanismes physiques mis en jeu ne sont pas bien compris. Nous discutons cet effet dans la section suivante.

4.2.2.1 Discussion

L'effet non linéaire que nous observions était plus important que celui généralement observé dans les autres oscillateurs de torsion. De plus, le facteur de qualité de notre oscillateur de torsion est relativement faible (280 000) comparé à celui d'autres oscillateurs de torsion généralement compris entre 500 000 et 2 000 000. Cela nous a poussés à réanalyser les différents aspects techniques de notre oscillateur de torsion, notamment la qualité du vide à l'intérieur de la cellule, les déformations de

la tige de torsion et les propriétés mécaniques de colle epoxy Stycast présente dans l'oscillateur de torsion.

Présence d'un film adsorbé : Nous essayons de déterminer si l'oscillateur que nous pensions vide pourrait en fait contenir un film adsorbé de quelques couches atomiques sur les parois internes de la cellule. Ce film en se déplaçant pourrait alors altérer le facteur de qualité de l'oscillateur d'une manière qui pourrait dépendre de l'amplitude. Après avoir installé l'oscillateur de torsion dans notre cryostat optique, on réalise quelques rinçages de la minibouteille, puis un pompage pendant quelques dizaines de minutes avec une pompe primaire. À la fin du pompage, dû à la perte de charge le long de la ligne de pompage, la pression résiduelle dans la cellule est de l'ordre du millibar. En refroidissant la minibouteille de 300 à 4 K, la pression du vide s'améliore, étant de l'ordre du millibar à température ambiante (pompage primaire), elle est de 10^{-2} mbar à 4 K. À plus basse température, l'hélium se condense principalement sur les filtres adsorbants présents le long du capillaire de remplissage de la cellule. Il peut aussi se condenser sur les parois de la minibouteille. Un rapide calcul montre que même si l'on suppose que tout l'hélium de la minibouteille se condensait sur les parois de la minibouteille alors la quantité d'hélium ne serait pas suffisante pour couvrir l'ensemble de la surface interne d'une monocouche atomique. Soit N_{He} le nombre d'atomes d'hélium présents dans la minibouteille :

$$N_{He} = \frac{V_{int}}{V_m} \frac{P_{vide}}{P_{atm}} N_A \simeq 5.8 \times 10^{14} \quad (4.19)$$

où N_A est le nombre d'Avogadro, $V_{int}=2200 \text{ mm}^3$ est le volume intérieur de la minibouteille, $P_{vide}=10^{-2}$ mbar la pression du vide dans la minibouteille et $V_m=22.4 \text{ l/mole}$ le volume molaire d'un gaz dans les conditions normales de température et de pression. En prenant la densité de l'hélium solide à 3 dimensions : $\rho_s^{3D}=191 \text{ kg.m}^{-3}$, on calcule la densité à 2D d'une monocouche atomique d'hélium d'épaisseur $e=3\text{\AA}$.

$$\rho_s^{2D} = \rho_s^{3D} \times e \simeq 5.73 \times 10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \quad (4.20)$$

Soit N_{couche} le nombre d'atomes d'hélium nécessaire pour couvrir entièrement la surface interne de la minibouteille d'une monocouche atomique d'hélium 4.

$$N_{couche} = \frac{\rho_s^{2D} S_{int}}{m_{He}} \simeq 7.1 \times 10^{15} \quad (4.21)$$

où $S_{int}=824 \text{ mm}^2$ est la surface interne de la minibouteille et $m_{He} = 6.64 \times 10^{-27} \text{ kg}$ la masse d'un atome d'hélium 4. On trouve finalement que :

$$N_{He}/N_{couche} = 0.08 \quad (4.22)$$

Seuls 8% de la surface interne serait donc recouvert d'une monocouche atomique d'hélium. On peut donc supposer que la minibouteille est vide et que les effets relatifs à la pression résiduelle de fin de pompage sont négligeables.

La tige de torsion : Un soin particulier doit être apporté à la tige de torsion pour que le facteur de qualité de l'oscillateur soit grand. La tige de torsion doit être polie soigneusement et subir un traitement thermique après son usinage. Si ces étapes ne sont pas correctement réalisées le facteur de qualité sera relativement faible. Les dimensions de la minibouteille étant plus grandes que celles des autres oscillateurs de torsion, nous avons dû utiliser une tige de torsion de relativement grand diamètre pour que le mode de torsion soit le mode de plus basse fréquence. La tige de torsion de notre oscillateur de longueur 19.1 mm, comporte deux sections différentes, une section de 6.1 mm de diamètre et une section de 3.3 mm diamètre. La déformation de la tige de torsion a essentiellement lieu dans la section de la tige de plus petit diamètre (cf. section G.1 de l'annexe G). La déformation de torsion à la surface de la tige de torsion ϵ s'écrit :

$$\epsilon = \phi \frac{R_{tige}}{l} \quad (4.23)$$

On calcule l'ordre de grandeur de la déformation maximale ϵ_{max} de la tige de torsion pour une vitesse typique des oscillations à laquelle apparaît l'effet non linéaire, $\delta v_{rim}=10 \mu\text{m/s}$.

$$\epsilon_{max} = \frac{\delta x_{rim}}{R_{int}} \frac{R_{tige}}{l_2} \simeq 8 \times 10^{-8} \quad (4.24)$$

où $\delta x_{rim}=2.8 \text{ nm}$ est l'amplitude de déplacement sur le rayon intérieur ($R_{int}=5.59 \text{ mm}$) de la minibouteille et $l_2 = 10.2 \text{ mm}$ est la longueur de la section de la tige de torsion de plus petit rayon ($R_{tige}=1.65 \text{ mm}$). On constate que l'effet non linéaire apparaît dans notre oscillateur de torsion pour de très faibles déformations (10^{-8}). D'autres oscillateurs de torsion ayant des tiges de torsion en AgCu de dimensions peu différentes des nôtres ont des facteurs de qualité plus importants sans effets non linéaire jusqu'à des vitesses de plusieurs centaines de micromètres par secondes. Par exemple, la tige de torsion utilisée dans l'expérience de 2007 de Clark *et al.* [131] a un diamètre de 2.8 mm et une longueur de 17.8 mm. Les déformations de cette tige de torsion, aux vitesses utilisées peuvent être de l'ordre de 10^{-8} sans qu'ils observent d'effet non linéaire sur la période. En revanche, il est possible que les étapes de polissage et de traitement thermique de la tige de torsion n'aient pas été parfaitement réalisées dans notre tige de torsion. Dans ce cas le mouvement de défauts dans le matériau de la tige de torsion peut induire de la dissipation et altérer le facteur de qualité de l'oscillateur. On sait, par ailleurs, qu'une simple rayure de la surface de la tige de torsion peut altérer le facteur de qualité de l'oscillateur.

La colle epoxy Stycast 1266 : Une autre possibilité pour expliquer le faible facteur de qualité et l'effet non linéaire en dessous de 50 mK serait le comportement de la colle epoxy Stycast 1266. Dans notre oscillateur, cette colle transmet le couple de torsion de la tige de torsion vers la minibouteille. Les propriétés mécaniques du Stycast sont donc mises à contribution. La minibouteille en saphir étant relativement massive, la contrainte élastique inertielle s'appliquant sur la colle Stycast est conséquente. Le Stycast est un solide désordonné et ses propriétés mécaniques continuent d'évoluer même en dessous de 100 mK. Il est donc possible que la colle epoxy Stycast soit responsable du faible facteur de qualité et de l'effet non linéaire sur la

période de notre oscillateur de torsion. Nous avons évalué en annexe G l'effet d'un changement de rigidité de la colle Stycast sur la fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion et trouvé que pour une variation de 10 % de la rigidité de la colle Stycast, le décalage en fréquence était de l'ordre de 6.10^{-10} Hz alors que la fréquence de résonance est de ~ 906 Hz. On a $\delta\tau/\tau = -\delta f/f$ le décalage en fréquence équivaut à un décalage en période de 7.10^{-7} ns. L'effet de l'élasticité du Stycast semble donc complètement négligeable sur la mesure de la fréquence de résonance de l'oscillateur. Cependant, il est possible que les effets dissipatifs doivent être pris en compte pour caractériser complètement l'influence de la colle.

4.2.2.2 Conclusion

Nous avons rencontré des problèmes de stabilité de la période et des problèmes de reproductibilité des résultats dans les mesures de l'oscillateur vide ainsi qu'un effet non linéaire survenant en dessous de 50 mK dans la cellule vide. Il est difficile de connaître l'origine de cet effet non linéaire. Nous avons décidé de tout de même faire des mesures dans des polycristaux et des monocristaux à la plus faible vitesse possible ($\sim 2 \mu\text{m/s}$) pour s'affranchir de cet effet non linéaire.

4.2.3 Etude de cristaux dans la minibouteille

Tous les cristaux réalisés dans la minibouteille sont faits à partir d'hélium 4 de pureté naturelle (300 ppb ^3He).

4.2.3.1 Croissance de polycristaux à volume constant

Nous présentons la croissance d'un polycristal fait à volume constant dans la minibouteille. Il est réalisé par la méthode habituelle du blocage du capillaire de remplissage. Avec une pression initiale de 67 bar dans la cellule, la croissance a débuté à 2.72 K et s'est terminée à 1.85 K et à 32.5 bar. L'accès optique du cryostat nous permet d'observer la croissance du polycristal (voir les photographies Fig. 4.9). Nous pouvons aussi mesurer la variation de la période de l'oscillateur associée à la croissance (voir le graphique Fig. 4.10).

La croissance de ce cristal a duré 30 min. La variation de période de résonance associée à la croissance du polycristal dans la cellule est $\Delta P_{poly}=3750-1540=2210$ ns et la période de résonance de l'oscillateur de torsion est $P=1.1$ ms, soit une variation relative de période de 0.1 %. L'accès optique nous permet habituellement d'observer la présence de désordre pendant la croissance des polycristaux. Les photographies de la croissance Fig. 4.9 montrent un front de croissance relativement régulier comparé au front de croissance des photographies de cristaux faits à volume constant dans nos précédentes cellules en cuivre (voir chapitre 2). On explique cela par le fait que le gradient thermique qui donne le sens de la croissance du cristal, est radial dans la minibouteille, alors que dans la cellule en cuivre, il est principalement orthogonal aux parois en cuivre (bon conducteur thermique). Le résultat est que dans la cellule en cuivre des petits canaux liquides s'ouvrent à l'intersection des joints de grains et de la fenêtre. Dans le cas de la minibouteille, la croissance se propage à partir de

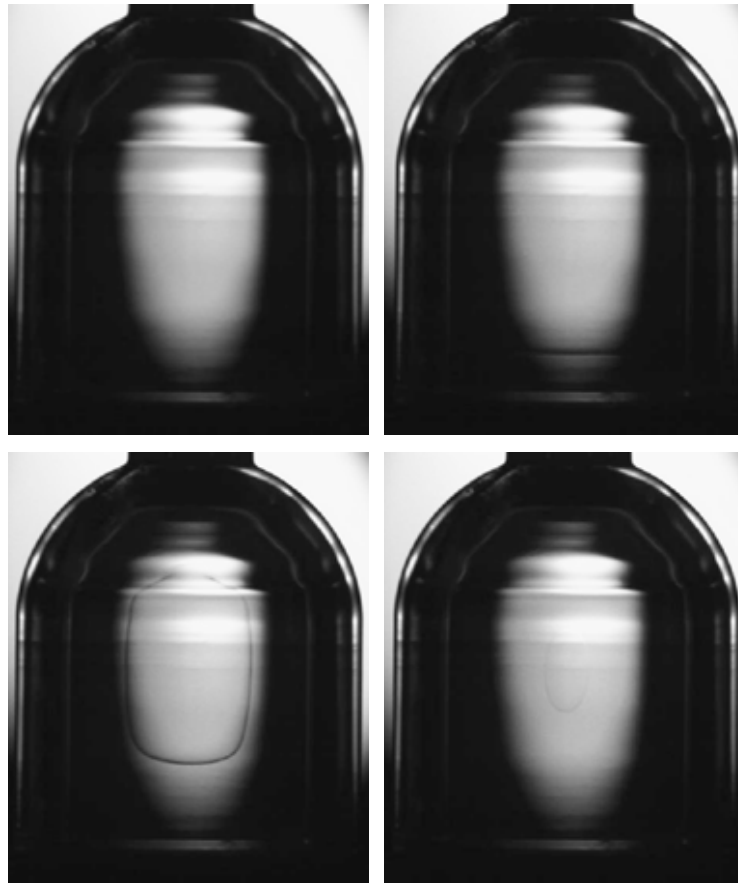


FIGURE 4.9 – Photographies de la croissance d’un cristal fait à volume constant à partir du fluide normal à 2.72 K, la croissance finit à 1.85 K. Les ondulations de la paroi et les lignes blanches sont dues à des défauts de polissage du saphir.

toute la surface interne de la minibouteille. Il est difficile de focaliser sur toute la surface interne car elle est courbe.

À la fin de l’étude de ce polycristal nous avons voulu vérifier la présence de joints de grains. Pour cela, nous avons fait fondre le polycristal en diminuant la pression dans le capillaire de remplissage à 37 mK. On observe sur la photographie (2) de la Fig. 4.11 que le front de fonte est relativement plat, il n’y a pas beaucoup de canaux liquides visibles. En (3) les canaux liquides finissent par apparaître dans le fond de la minibouteille. Ces canaux liquides montrent la présence de joints de grains et en d’autres termes que ce cristal fait à volume constant est bien un échantillon polycristallin. Il semble cependant que la partie basse soit plus désordonnée que la partie haute du cristal.

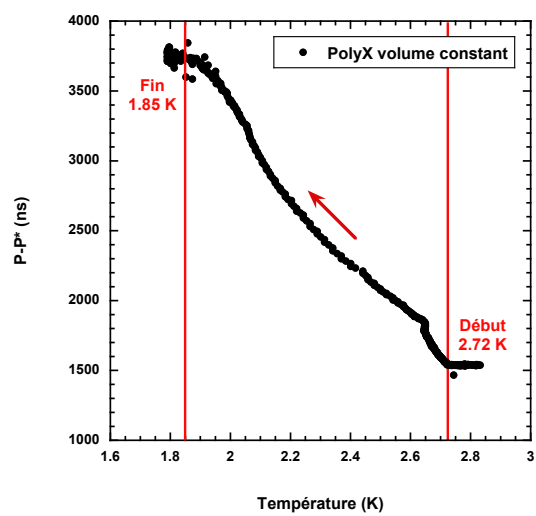


FIGURE 4.10 – Mesure de la période en fonction de la température pendant la croissance du polycristal à volume constant

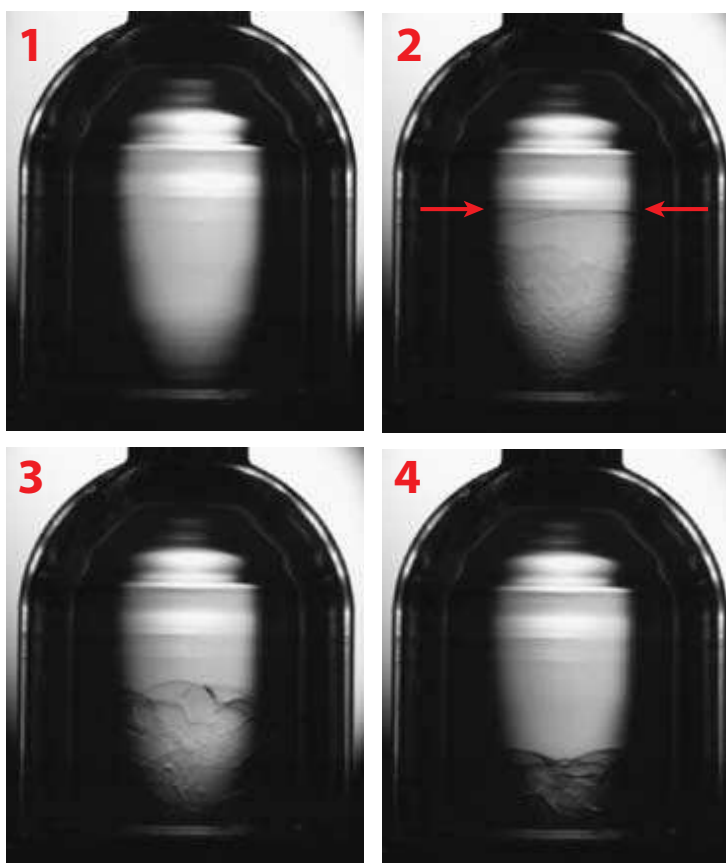


FIGURE 4.11 – Photographies de la fonte du polycristal fait à volume constant

4.2.3.2 Résultats dans les polycristaux

Nous avons réalisé des mesures de la période et du facteur de qualité en fonction de la température sur plusieurs polycristaux faits à volume constant. Avec la pureté de l'hélium utilisé (300 ppb ^3He), on s'attend à trouver une anomalie de rotation dans des polycristaux entre 100 et 200 mK, d'après les précédents résultats de mesure (voir chapitre 1). Cette anomalie de rotation est censée se manifester par une chute de la période de résonance et un pic de dissipation dans cette gamme de température. Nos mesures dans les polycristaux en utilisant la méthode du verrouillage de la fréquence de résonance avec la détection synchrone PAR124 ne nous ont pas permis d'observer une telle anomalie.

D'une part la pente de la partie haute température de la dépendance en température de la période était différente dans les mesures du polycristal et dans celles de la cellule vide. Nous n'avons donc pas pu soustraire le signal de référence de la cellule vide du signal mesuré dans le polycristal. De la même façon, la dépendance en température du facteur de qualité était trop différente entre les mesures du polycristal et celles de la cellule vide pour que l'on puisse soustraire un signal de référence.

D'autre part, une autre façon de mesurer l'anomalie de rotation est de comparer le signal de la période dans le polycristal à différentes vitesses d'oscillation. D'après ce que l'on connaît des précédentes expériences (voir chapitre 1), au delà de la vitesse critique d'oscillation l'anomalie de rotation commence à diminuer. Elle disparaît totalement à grande vitesse d'oscillation. Nous avons observé une tendance à ce que la période soit plus grande à forte amplitude qu'à basse, cependant, il n'était pas possible de dissocier l'effet non linéaire induit par la tige de torsion d'un quelconque effet dans l'hélium solide. Les mesures à différentes vitesses dans la cellule vide (voir Fig. 4.7(a)) devaient nous permettre de trouver une vitesse d'oscillation seuil en dessous de laquelle l'effet non linéaire disparaît. Nous aurions ainsi pu mesurer une éventuelle diminution de l'anomalie de rotation en fonction de la vitesse des oscillations, en dessous de cette vitesse seuil. La vitesse d'oscillation la plus basse que nous ayons utilisée est $2.1 \mu\text{m/s}$ car en dessous de cette vitesse le rapport signal sur bruit est trop faible et la détection synchrone n'est plus capable de verrouiller le signal. Les courbes de la période de la Fig. 4.7(a) montrent que l'effet non linéaire est présent même à faible vitesse ($3.5 \mu\text{m/s}$) cela nous a empêché de mesurer une quelconque dépendance en vitesse du signal mesuré dans le polycristal avec cette méthode. Nous verrons à la section 4.2.4 quelles améliorations ont été obtenues en changeant de méthode de mesure.

4.2.3.3 Conclusion

Nous avons étudié de nombreux polycristaux réalisés à volume constant comme celui-ci ainsi que d'autres polycristaux réalisés par injection rapide de masse dont la méthode de croissance est décrite au chapitre 2. Le fait que l'anomalie de rotation soit très faible dans les polycristaux étudiés dans notre oscillateur et que la stabilité de la période soit mauvaise, nous n'avons pas pu mesurer de NCRI de polycristaux dans la minibouteille.

4.2.3.4 Croissance de monocristaux dans la minibouteille

Dans la minibouteille, il est plus difficile d'observer la croissance cristalline du fait de la réfraction de la lumière sur la surface courbée de celle-ci. C'est en utilisant une diode laser de couleur bleu comme source lumineuse que nous avons obtenu les meilleures images de la minibouteille. Sont représentées Fig. 4.12 des photographies d'une croissance facettée d'un monocristal dans la minibouteille qui permettent de mesurer son orientation.

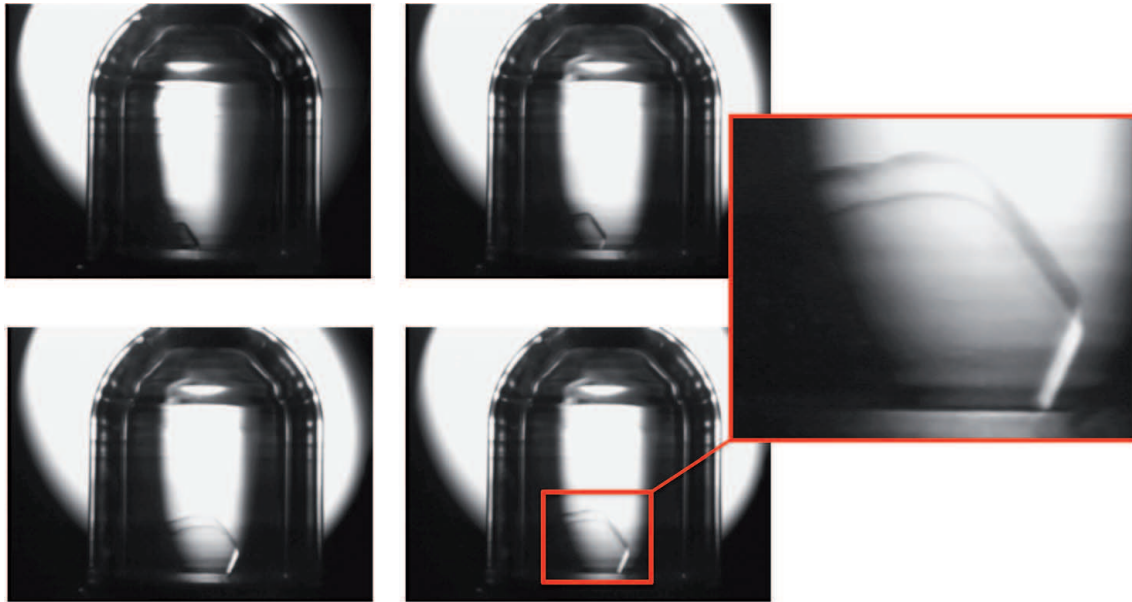


FIGURE 4.12 – Photographies d'une croissance facettée dans la minibouteille

Nous réalisons le monocristal X1a à partir du superfluide à 18 mK en 25 min (voir Fig. 4.13(a)), soit une vitesse de croissance d'environ $10 \mu\text{m/s}$. La variation de période associée à la croissance du monocristal est $\Delta P_{\text{mono}} = 3641 - 1526 = 2115 \text{ ns}$. Les tentatives de mesure de la dépendance en température de la période et du facteur de qualité échouent car le signal de la période est trop instable sur ce cristal X1a en équilibre avec le liquide. Il est possible que dans ces cristaux en équilibre avec le liquide, la masse se réarrange spontanément dans la cellule ou dans le capillaire de remplissage. Les fluctuations de période observées sont de l'ordre de 1 ns. Nous calculons la taille typique d'une goutte de liquide restée piégée dans la bouteille qui en se déplaçant du centre vers la périphérie de la bouteille induirait une diminution de période de l'ordre 1 ns. La variation de moment d'inertie δI_{goutte} est :

$$\delta I_{\text{goutte}} = \frac{\delta P_{\text{goutte}}}{\Delta P_{\text{loading}}} \Delta I_{\text{loading}} \quad (4.25)$$

Le moment d'inertie du cristal d'hélium $\Delta I_{\text{loading}}$ est donné par la somme du moment

d'inertie d'un cylindre et d'une demi-sphère d'hélium solide :

$$\Delta I_{\text{loading}} = \frac{\pi \rho_s R^4 h}{2} + \frac{4\pi}{15} \rho_s R^5 \quad (4.26)$$

$$\simeq 5 \times 10^{-9} \text{ kg.m}^2 \quad (4.27)$$

où $\rho_s = 0.2 \text{ kg.m}^{-3}$ est la densité du solide hélium 4 à l'équilibre liquide-solide à cette température, R est le rayon intérieur de la minibouteille et h la hauteur de la partie cylindrique de la minibouteille. La variation de moment d'inertie lorsqu'on remplace le solide par le liquide, d'une goutte sphérique de rayon r et de densité $\delta\rho = \rho_s - \rho_l = 0.02 \text{ kg.m}^3$, se trouvant sur le rayon intérieur R de la minibouteille est :

$$\delta I_{\text{goutte}} = \delta\rho \frac{4\pi}{3} r^3 \times R^2 \quad (4.28)$$

On trouve pour une variation typique de la période de 1 ns que le rayon de la goutte est :

$$r \simeq 1.8 \text{ mm} \quad (4.29)$$

Il est difficile de croire qu'une goutte de cette taille puisse se déplacer du centre vers la périphérie sans que nous l'observions. Une autre possibilité est que les cristaux de bonne qualité et ultrapurs sont instables du point de vue de leurs propriétés mécaniques. Nous avons observé dans les expériences d'acoustiques du chapitre 3 que ces cristaux étaient très sensibles aux perturbations mécaniques comme par exemple, celles générées par le bruit du pot 1K. Nous décidons de recuire cet échantillon à 0.97 K comme l'avaient été les échantillons X5b et X5g de l'expérience de mesures acoustiques du chapitre 3. Ces échantillons avaient permis de mesurer la variation la plus grande de c_{44} . Pour le recuit, nous montons la température à 0.97 K et nous faisons fondre 20 % du cristal, la période passe de 3641 ns à 2889 ns (voir Fig. 4.13(a)). Puis nous refaisons croître en 20 min le haut de la bouteille, la période remonte à 3641 ns (voir Fig. 4.13(b)). La période de résonance de ce cristal recuit n'a pas changé mais les mesures sont plus stables.

4.2.3.5 Résultats de mesure : monocristaux

Nous avons réalisé sur ce monocristal X1b, le même type de mesures que sur les polycristaux et nous avons rencontré le même type de problèmes. À savoir, une dépendance en température de la période dans la partie haute température, différente de celle mesurée dans la cellule vide et différente également de celle mesurée dans le polycristal. Par ailleurs, l'effet non linéaire de la tige de torsion nous empêchait de mesurer une dépendance en vitesse dans le monocristal. Nous avons répété ces mesures dans de nombreux échantillons monocristallins sans succès.

4.2.3.6 Conclusion

Les résultats obtenus avec cette première méthode de mesure dans des polycristaux et des monocristaux ne sont pas concluants. Nous avons notamment rencontré

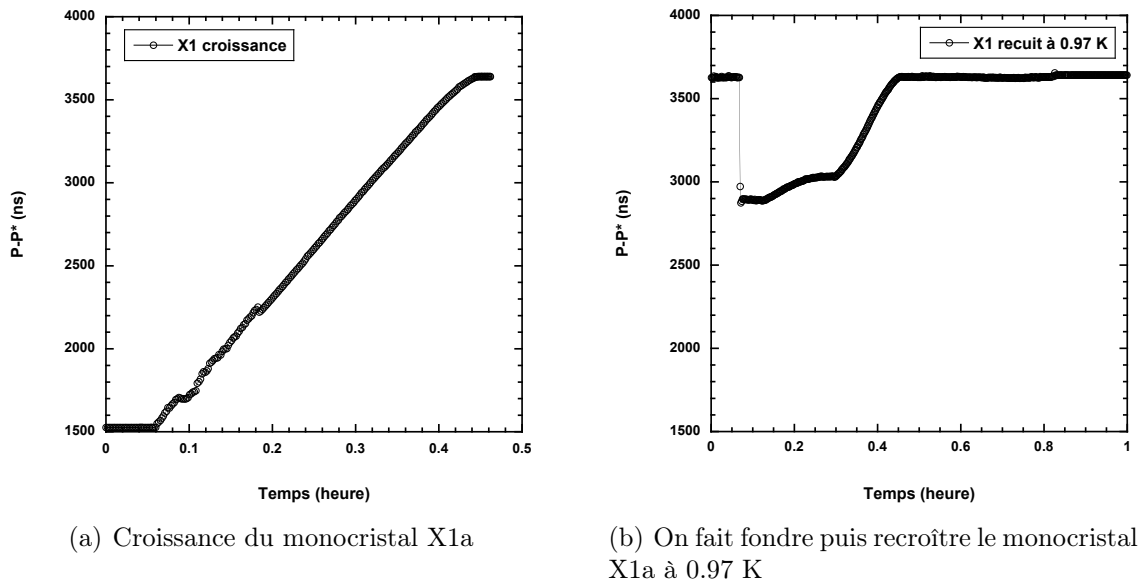


FIGURE 4.13 – Mesure de la période pendant la croissance du monocristal X1a et pendant le recuit du cristal à 0.97 K

des problèmes de stabilité de la période et donc obtenu des résultats non reproductibles. Nous discutons le problème de la stabilité de l'oscillateur dans la section suivante.

4.2.4 Stabilité de l'oscillateur de torsion

Le manque de stabilité de l'oscillateur de torsion nous a empêché d'obtenir des mesures reproductibles que ce soit dans le cas de la cellule vide, des polycristaux ou des monocristaux. La question de la stabilité de l'oscillateur a été centrale dans cette expérience, nous avons cherché par tous les moyens de l'améliorer. Nous présentons les paramètres que nous avons étudiés pour améliorer la stabilité de l'oscillateur de torsion.

1. Nous avons resserré toutes les vis de montage de la structure d'isolation mécanique après chaque cycle en température du cryostat. Par ailleurs, ces vis étaient à l'origine en acier inoxydable, nous les avons remplacées par des vis en laiton, un métal qui se contracte plus que l'acier à basse température. Ceci a contribué à maintenir un meilleur serrage de la structure.
2. Des simulations numériques par éléments finis, réalisées par Duk Young Kim de l'équipe de Penn State, sur la structure d'isolation mécanique ont montré qu'il existait des modes de vibration à 745 Hz et 347 Hz (voir Fig. 4.14). Ces calculs montrent que si le diamètre des colonnes de support de la structure était moins important ces modes de vibration sont déplacés à plus basse fréquence (voir Fig. 4.14).

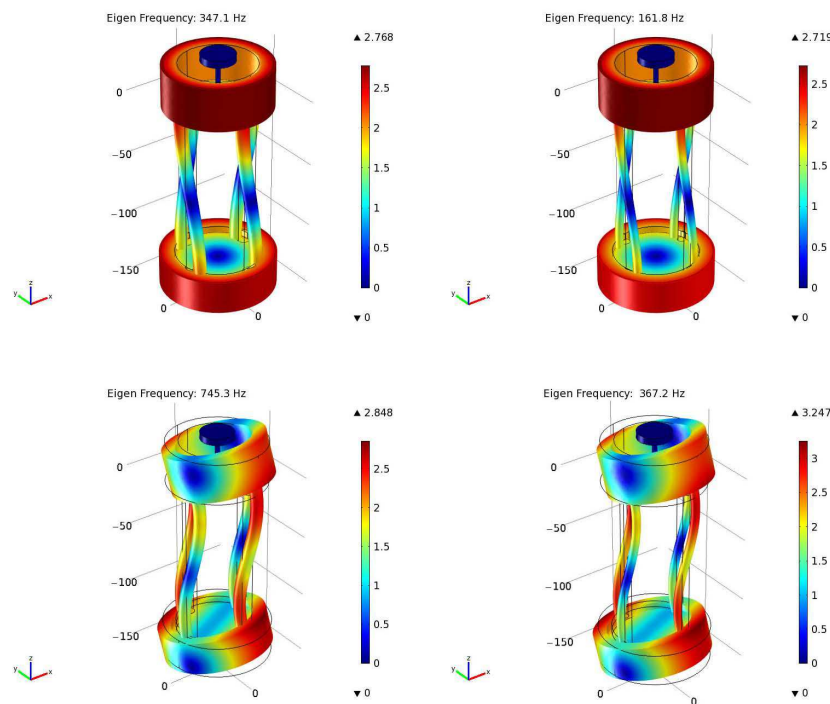


FIGURE 4.14 – Modes de vibration de la structure, à gauche les deux modes à 347 Hz et 745 Hz obtenus avec des colonnes de diamètre 8 mm et à droite les deux modes à 181 Hz et 367 Hz obtenus avec des colonnes d'un diamètre de 6 mm

Nous avons réduit le diamètre des colonnes le faisant passer de 8 mm à 6 mm dans le but de déplacer ces modes à plus basse fréquence. Nous présentons Fig.4.15 une simulation du spectre en fréquence du déplacement à l'endroit

où se trouve l'oscillateur de torsion, c'est-à-dire le centre de la base de la structure d'isolation mécanique avec des colonnes réduites. La dissipation est choisie arbitrairement, cette simulation donne simplement une idée du niveau de vibration à la fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion.

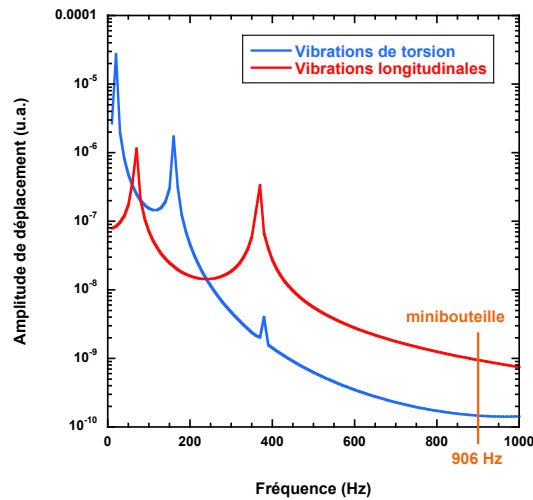


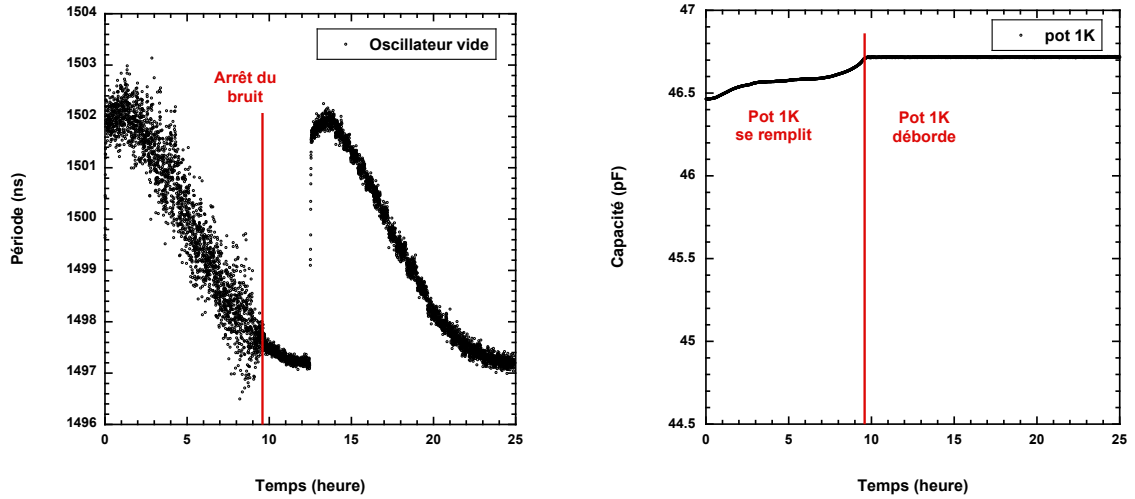
FIGURE 4.15 – Simulation du spectre en fréquence des vibrations au centre de la base de la structure d'isolation mécanique.

On constate sur cette simulation qu'en déplaçant les modes de vibration de la structure à plus basse fréquence, nous diminuons le bruit mécanique à la fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion (~ 906 Hz). Cependant cette opération n'a pas permis de diminuer le bruit sur la mesure de la période de façon significative.

3. Nous avons activé le système pneumatique de la table optique supportant le poids du cryostat de sorte qu'elle soit découplée des vibrations du sol. Lorsque les pieds de la table reposent sur un coussin d'air comprimé, il est très facile de faire pencher la table d'un côté ou de l'autre. Auparavant nous faisons les transferts d'hélium en montant sur la table optique, ce qui faisait tanguer la table optique et provoquait des perturbations très importantes sur l'oscillateur de torsion. Nous avons donc construit une passerelle permettant de réaliser nos transferts d'hélium sans toucher la table. Ceci a amélioré sensiblement la stabilité de la résonance de l'oscillateur de torsion sur plusieurs jours.
4. Nous avons observé que les résultats de mesure de l'oscillateur de torsion n'étaient plus du tout reproductibles après 3 mois de mesure. Nous avons pensé que cela était dû à la présence d'un film d'hélium qui se serait déposé sur l'extérieur de la minibouteille. En augmentant la température jusqu'à 3.5 K, la pression du vide interne s'était mise à augmenter de plusieurs ordres de grandeur, signe que le vide interne du cryostat n'était plus très bon. Nous avons ajouté un morceau de Vycor sur le pot 1K dans le vide interne du cryostat (voir chapitre 2) dans le but d'adsorber les atomes d'hélium provenant d'une éventuelle fuite. Après l'installation de ce morceau de Vycor, nous avons pu

réaliser des expériences sur une durée supérieure à 3 mois sans observer à nouveau ces effets indésirables.

5. Nous avons remarqué que le niveau de vibration du pot 1K était maximal lorsqu'il était plein et qu'il débordait. Lorsque le pot 1K génère des vibrations mécaniques l'effet produit sur l'oscillateur de torsion est complexe. Les vibrations du pot 1K peuvent faire basculer l'oscillateur dans un état plus ou moins bruyant sporadiquement. Il est difficile de prévoir l'effet des vibrations du pot 1K sur l'oscillateur. Pendant les mesures de l'oscillateur de torsion, nous avons donc maintenu le niveau du pot 1K à une valeur basse en contrôlant la micro-vanne de remplissage du pot à l'aide d'un moteur et d'un programme Labview (voir chapitre 2). Ainsi le niveau de bruit du pot 1K était relativement faible pendant les mesures. Un exemple de mesure type de la période dans la cellule vide où le pot 1K n'a pas été maintenu dans un niveau de bruit faible est présenté Fig. 4.16(a). Il s'agit de deux descentes en température successives d'une durée totale de 25 h.



(a) Mesure de la période de l'oscillateur de torsion vide lors de deux descentes en température sur une durée de 25 h

(b) Mesure de la capacité du pot 1K pendant la mesure de la période sur une durée de 25 h

FIGURE 4.16 – Effets du pot 1K sur la mesure de la période de l'oscillateur.

On observe Fig. 4.16 que lorsque le pot est complètement rempli ($C_{1K}=46.7$ pF) et qu'il se met à déborder au même moment le bruit sur la mesure de la période diminue. L'écart-type sur la période passe de 0.2 ns à 0.06 ns, soit près d'un ordre de grandeur plus faible. Nous savons que le pot 1K génère des vibrations plus importante lorsqu'il débord. Nous pensons que dans ce cas précis l'effet des vibrations du pot 1K a été de placer l'oscillateur de torsion dans un état moins bruyant. C'est le contraire de ce qu'on attendait. On en déduit que le bruit sur la mesure dépend d'une manière complexe du niveau de vibrations mécaniques générées par le pot 1K. Nous avons observé que d'autres perturbations, transfert d'hélium ou d'azote, changement de tempé-

rature, changement de vitesse d'oscillations, pouvaient également faire passer l'oscillateur d'un état à l'autre.

Les montées (ou descente) en température durent au minimum 12 h. Afin de vérifier la reproductibilité des résultats nous faisons les mesures deux fois au moins. Il est donc important d'avoir une stabilité de l'oscillateur sur au moins 24 h. Nous présentons une étude de la stabilité de la période de résonance et du facteur de qualité de l'oscillateur de torsion vide à 10 mK, pendant 28 h (voir Fig. 4.17(a)). Cette étude a été réalisée après avoir fait toutes les améliorations décrites ci-dessus.

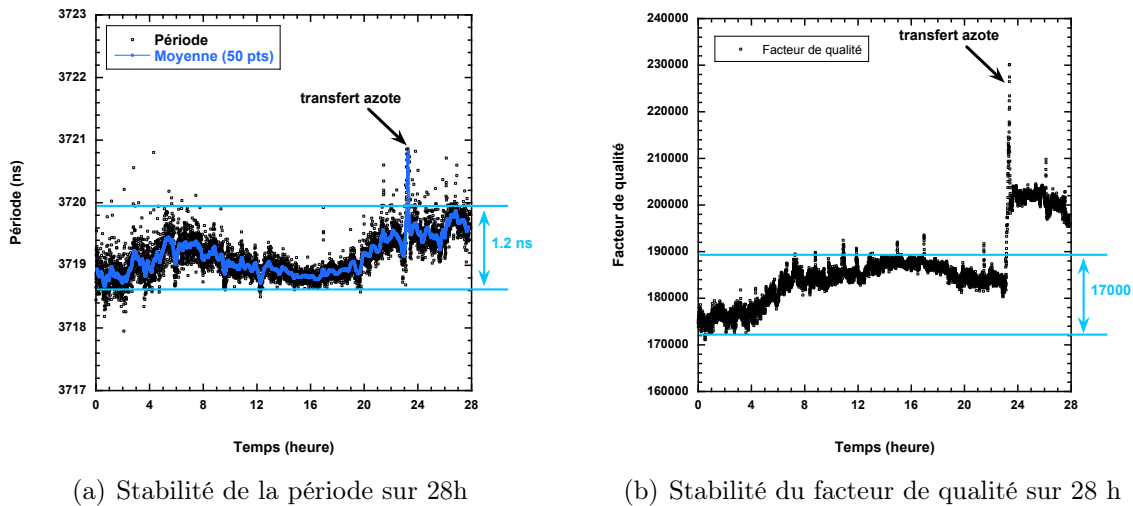


FIGURE 4.17 – Stabilité de l'oscillateur de torsion.

On observe que le bruit sur la période aux temps courts est relativement faible, l'écart type est de l'ordre de 0.25 ns alors que la stabilité aux temps longs (28 h) est de l'ordre de 1.2 ns. On observe Fig. 4.17(b) que la stabilité du facteur de qualité sur 24 h est de l'ordre de 17000. Suite au transfert d'azote, on observe un saut du facteur de qualité qui passe de 184000 à 202000 sans que la mesure de la période ne présente de saut (voir Fig. 4.17(a)). Afin d'éviter de perturber nos mesures avec ce type de sauts, nous faisons les transferts d'hélium et d'azote en même temps, tous les 2 - 3 jours. Pendant ce temps nous avons pu réaliser, à raison de deux descentes en température par jour, 4 à 6 mesures à différentes vitesses d'oscillation.

Le manque de stabilité de la période aux temps longs est un facteur limitant pour les mesures dans notre oscillateur de torsion. Les améliorations apportées ne suffirent pas à mesurer des résultats reproductibles mais une autre méthode de mesure décrite à la section 4.3 a permis d'obtenir des résultats reproductibles. Cette méthode est basée sur l'utilisation de l'oscillateur à amplitude d'excitation et fréquence constante.

4.2.5 Conclusion

En conclusion, nous n'avons pas observé d'anomalie de rotation ni dans les polycristaux ni dans les monocristaux avec cette méthode. Les différents problèmes

techniques que nous avons rencontrés avec cette méthode de mesure sont les suivants :

1. La partie haute température de la période et du facteur de qualité est différente selon les cas : oscillateur vide, polycristal ou monocristal.
2. La non linéarité de l'oscillateur en dessous de 50 mK empêche de définir une dépendance en vitesse dans le signal mesuré dans les cristaux.
3. Le manque de stabilité de l'oscillateur empêche d'avoir une résolution suffisante pour mesurer une anomalie de rotation.

Suite à l'arrivée d'un post doc, Andrew Fefferman, dans notre équipe, nous avons décidé de changer de méthode de mesure. Il s'agit d'une méthode de mesure à amplitude d'oscillation constante ainsi qu'à fréquence constante. Ce changement de méthode de mesure était motivé par notre désir d'obtenir une meilleure stabilité de l'oscillateur et donc une meilleure résolution sur la mesure de la période.

4.3 Méthode de mesure à fréquence et amplitude constante

Nous avons utilisé une méthode de mesure à fréquence et amplitude d'excitation constante afin de perturber le moins possible l'oscillateur de torsion. Nous avons en effet remarqué que les moindres perturbations de l'oscillateur pouvaient nous faire perdre la stabilité du signal. Nous décrivons le principe de cette méthode puis les résultats obtenus sur la stabilité de la mesure. Nous détaillons ensuite les résultats obtenus dans un polycristal et deux monocristaux. Cette méthode a permis de confirmer que dans les polycristaux, si une fraction supersolide existait alors elle était très faible et a permis de définir une borne supérieure pour le NCRI (0.01 %) dans un polycristal. Nous avons par ailleurs observé une anomalie de rotation dans deux monocristaux, que nous attribuons à une anomalie élastique des cristaux.

4.3.1 Principe de la méthode numérique

Nous présentons la méthode utilisée pour mesurer la dépendance en température de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de l'oscillateur de torsion en utilisant la détection synchrone numérique SR 830. Est présenté Fig. 4.18 le circuit du montage électrique de mesure. La tension excitatrice sinusoïdale est produite par le générateur de tension (Agilent 33250 A) dont la base de temps est synchronisée à l'horloge du fréquencemètre (HP 53132A). Ce fréquencemètre dispose de l'option 012, ce qui lui confère une horloge interne très stable. Les fluctuations relatives de la fréquence sont inférieures à $2 \cdot 10^{-9}$ par an. Pour une fréquence d'utilisation de 1 kHz, les fluctuations de période sont inférieures à 10 fs sur 1 an, ce qui est très faible devant le bruit sur la période de l'oscillateur (~ 0.02 ns) mesuré avec cette méthode. Le courant produit par l'électrode détectrice est amplifié par le préamplificateur de courant (SR 570), la tension résultante est filtrée par le filtre passe-bande (SR 650) avant d'entrer dans la détection synchrone (SR 830). La détection synchrone est

synchronisée avec le générateur de tension et permet d'extraire la partie en phase et la partie en quadrature de phase de cette tension entrante.

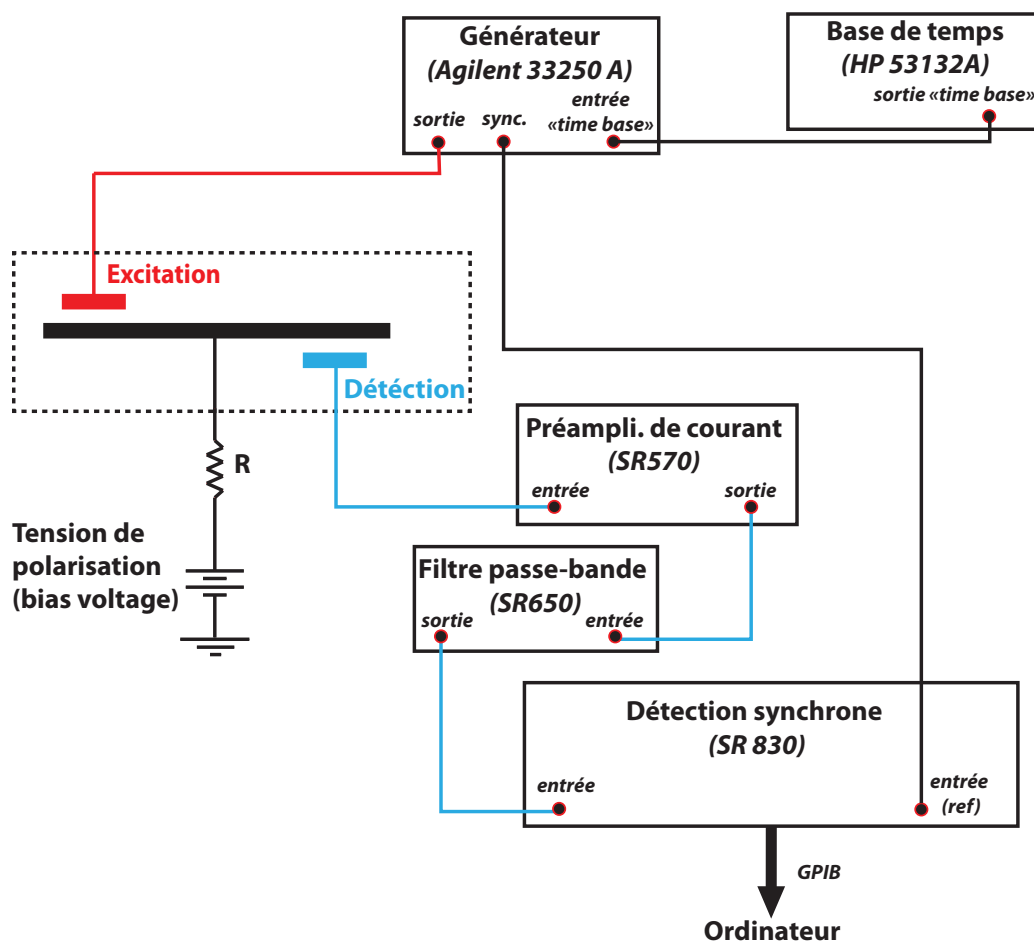


FIGURE 4.18 – Schéma du montage électrique de mesure de la méthode à fréquence et amplitude constante réalisée avec la détection synchrone SR830.

La démarche suivie pour obtenir la dépendance en température du facteur de qualité et de la fréquence de résonance de l'oscillateur est la suivante :

1. Un balayage en fréquence autour de la fréquence de résonance de l'oscillateur (~ 906 Hz) permet, à partir d'un ajustement par une fonction lorentzienne, d'obtenir le facteur de qualité du résonateur, la fréquence de résonance et l'amplitude de la résonance à une température donnée. Un exemple d'ajustement des mesures réalisés dans le liquide à 10 mK est présenté Fig. 4.19
2. Nous réalisons ensuite un balayage en température, en excitant l'oscillateur de torsion à la fréquence de résonance ajustée précédemment, c'est-à-dire au début du balayage en température. Ensuite, la fréquence de résonance évolue suffisamment peu (quelques mHz au plus) pour qu'on puisse extraire la vraie fréquence de résonance à chaque température. Pour extraire la nouvelle fréquence de résonance à partir de la précédente, on utilise une méthode proposée par Morley *et al.* [132]. Nous mesurons la partie en phase et en quadrature

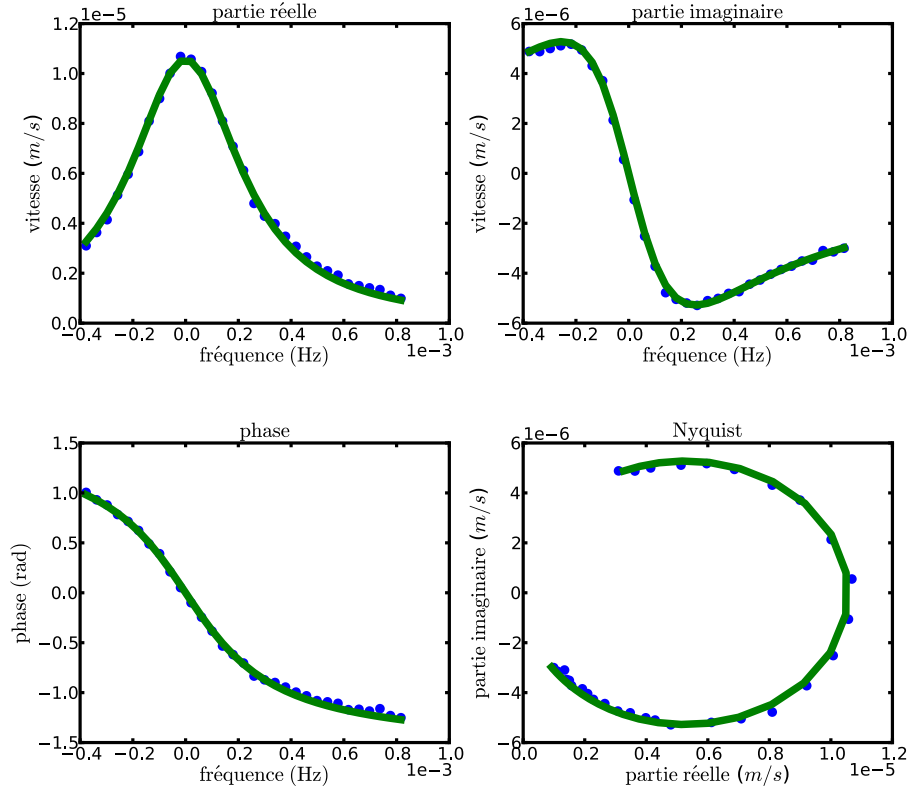


FIGURE 4.19 – Ajustement

de phase de l'oscillateur avec la détection synchrone. Ainsi, à partir des équations constitutives de l'oscillateur de torsion harmonique amorti en régime forcé, nous pouvons déterminer le nouveau facteur de qualité et la nouvelle fréquence de résonance à chaque température.

3. Un programme Labview nous permet d'automatiser le balayage en température et de calculer le facteur de qualité à chaque palier de température. Nous pouvons réajuster la tension d'excitation en fonction du facteur de qualité de l'oscillateur à chaque palier de température. On peut ainsi réaliser une mesure à amplitude constante. Les mesures précédentes avec la détection synchrone PAR 124 étaient réalisées à tension d'excitation constante donc l'amplitude variait en température avec le facteur de qualité.
4. À la fin de la descente (ou montée) en température, on fait un nouvel ajustement de la résonance par une fonction lorentzienne afin de vérifier qu'on a bien déterminé la bonne fréquence de résonance.

Nous écrivons maintenant les équations constitutives de l'oscillateur de torsion harmonique amorti en régime forcé à partir de l'équation du mouvement :

$$I \ddot{\theta} + b\dot{\theta} + K\theta = \tau \quad (4.30)$$

où I est le moment d'inertie de l'oscillateur, θ est la position angulaire, τ est le couple exciteur, K est la constante de rigidité et b est le coefficient d'amortissement.

Pour une excitation harmonique $\tau = \tau_0 \exp i\omega t$, une solution particulière est $\theta(\omega) = \theta_0(\omega) \exp i(\omega t + \phi_0(\omega))$, on obtient ainsi :

$$(-I\omega^2 + K + i\omega b)\theta_0 = \tau_0 \exp(-i\phi_0(\omega)) \quad (4.31)$$

On trouve l'amplitude $\theta_0(\omega)$ et la phase $\phi_0(\omega)$ de l'oscillateur :

$$\theta_0(\omega) = \frac{\tau_0/I}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \left(\frac{\omega\omega_0}{Q}\right)^2}} \quad (4.32)$$

$$\phi_0(\omega) = \arctan \frac{\omega\omega_0}{Q(\omega_0^2 - \omega^2)} \quad (4.33)$$

où $\omega_0 = \sqrt{K/I}$ est la pulsation de résonance et $Q = I/(b\omega_0)$ est le facteur de qualité de l'oscillateur. L'amplitude angulaire maximum θ^{\max} est donc :

$$\theta^{\max} = \theta_0(\omega = \omega_0) = \frac{Q\tau_0}{I\omega_0^2} \quad (4.34)$$

En prenant la partie imaginaire et la partie réelle de l'équation 4.31, on trouve :

$$\omega_0^2 = \omega^2 \left(1 + \frac{\tau_0 \cos(\phi_0)}{I\omega^2\theta_0} \right) \quad (4.35)$$

$$Q = -\frac{I\omega_0\omega\theta_0}{\tau_0 \sin(\phi_0)} \quad (4.36)$$

Le signe $-$ dans l'expression du facteur de qualité Q provient du fait que le couple exciteur τ et la position angulaire θ sont en quadrature de phase ($\phi_0 = -\pi$) lorsque $\omega \ll \omega_0$. Le terme $\sin \phi_0$ est donc toujours négatif et le facteur de qualité est bien toujours positif. Nous utiliserons une pulsation d'excitation ω toujours très proche de la pulsation de résonance ω_0 .

$$\omega = \omega_0 + \delta\omega, \text{ avec } \delta\omega \sim 1 \text{ mHz} \quad (4.37)$$

soit $\delta\omega/\omega \sim 10^{-6}$. Ainsi, nous pouvons réécrire les équations 4.35 et 4.36 :

$$\omega_0^2 \simeq \omega^2 \left(1 + \frac{\theta_1^{\max} \cos(\phi_0)}{Q_1\theta_0(\omega)} \right) \quad (4.38)$$

$$Q \simeq -\frac{Q_1\theta_0(\omega)}{\theta_1^{\max} \sin(\phi_0(\omega))} \quad (4.39)$$

En réalisant un balayage en fréquence à une température $T=T_1$ quelconque et en ajustant la tension mesurée $V_{mes}(\omega)$ par une fonction lorentzienne, nous obtenons la fréquence de résonance, le facteur de qualité et l'amplitude de la résonance à cette température $T=T_1$. En excitant l'oscillateur à une pulsation ω proche de la fréquence de résonance trouvée et mesurant le signal de réponse en phase et en quadrature de phase de l'oscillateur de torsion. Nous pouvons déterminer, à partir de θ_1^{\max} et Q_1 , respectivement l'amplitude de la résonance et le facteur de qualité mesuré à

la température $T=T_1$, le nouveau facteur de qualité Q et la nouvelle pulsation de résonance ω_0 à toute autre température.

Nous rappelons l'expression de $V_{mes}(\omega)$ en utilisant les formules de l'oscillateur de torsion données à la section 4.2.1. On rappelle que la force excitatrice $F(t)$ s'exerçant sur l'ailette excitatrice de l'oscillateur de torsion est :

$$F(t) \simeq \frac{C_e V_0^2}{2x_e} - \frac{C_e V_0 V_e}{x_e} \exp i\omega t \quad (4.40)$$

et que le courant $I(t)$ produit par l'électrode de détection est :

$$I(t) = -i\omega C_d V_0 \frac{\delta x_d \exp i(\omega t + \phi_0(\omega))}{x_d^0} \quad (4.41)$$

Le couple $\tau(t)$ est relié à la force excitatrice $F(t)$ par :

$$\tau(t) = R_{aile} \times F(t) \quad (4.42)$$

Ce qui nous intéresse, c'est la partie oscillante du couple appliqué :

$$\tau(t) = -R_{aile} \frac{C_e V_0 V_e}{x_e} \exp i\omega t \quad (4.43)$$

et l'amplitude de la position angulaire θ_0 est reliée au déplacement δx_d de l'électrode de détection par :

$$\theta_0 \simeq \frac{\delta x_d}{R_{aile}} \quad (4.44)$$

Finalement, l'amplitude $I_0(\omega)$ du courant produit par l'électrode détectrice s'écrit :

$$I_0(\omega) = -\frac{i\omega R_{aile}^2 (C_d V_0)^2 V_e}{x_d^0 x_e^0 I(\omega_0^2 - \omega^2 + iQ^{-1}\omega_0\omega)} \quad (4.45)$$

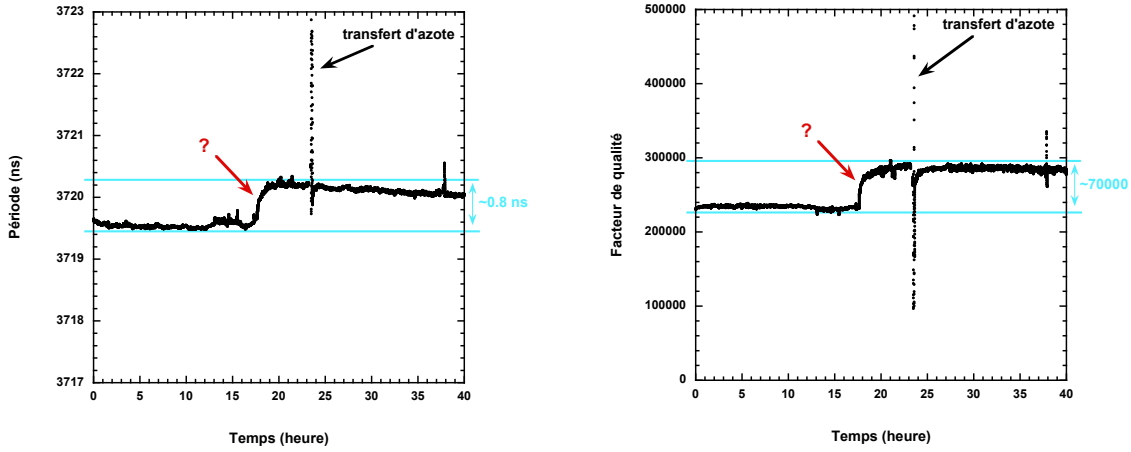
La tension mesurée $V_{mes}(\omega)$ par la détection synchrone SR 830 est :

$$V_{mes}(\omega) = G(I_0(\omega) + I_{capa}(\omega)) \exp i\xi \quad (4.46)$$

où G est le gain du préamplificateur de courant (SR 570), I_{capa} est le courant dû au couplage capacitif entre les électrodes excitatrices et détectrices et ξ est la phase supplémentaire du filtre et du préamplificateur de courant. Nous pouvons déterminer ce courant capacitif facilement en coupant la tension de polarisation de l'électrode centrale ($V_0 = 0$) et en mesurant l'amplitude de la position angulaire θ_0 en fonction de la tension appliquée V_e à l'électrode excitatrice. L'oscillateur de torsion sort du régime linéaire à basse tension d'excitation lorsque le couplage capacitif devient aussi important que le signal direct de l'oscillateur. Nous avons mesuré un courant capacitif entre l'électrode excitatrice et l'électrode détectrice de 6 fA (rms), ce qui est négligeable devant le courant $I_0(\omega)$, typiquement de l'ordre de 100 pA (rms).

4.3.2 Stabilité de la mesure

La stabilité de la mesure est étudiée en mesurant la période de résonance et le facteur de qualité de l'oscillateur pendant plusieurs heures. Ces mesures ont été faites de nombreuses fois et à différentes températures. Nous présentons un exemple typique du signal que l'on observe sur 40 h à 8.5 mK. La mesure est faite à amplitude de tension constante ($V_e = 1.6$ mV) et à une fréquence d'excitation proche de la fréquence de résonance. On détermine la fréquence de résonance et le facteur de qualité à partir du signal en phase et en quadrature de phase de l'oscillateur (cf. section 4.3.1).



(a) Stabilité de la période de résonance sur 40 h

(b) Stabilité du facteur de qualité sur 40 h

FIGURE 4.20 – Stabilité de l'oscillateur de torsion

On observe Fig. 4.20 que plusieurs échelles de temps rentrent en ligne de compte pour définir les fluctuations de période. En dessous d'une heure, la stabilité du signal est très bonne, l'écart-type de la période est de l'ordre de 0.02 ns. L'ordre de grandeur des fluctuations de période sur 20 h est de l'ordre de 0.2 ns. Par ailleurs, la présence d'événements singuliers (indiqués par ? sur le graphique Fig. 4.20) altère la stabilité de la période aux temps longs et les fluctuations de période à l'échelle de 40 h sont de l'ordre de 0.8 ns. On ne comprend pas vraiment l'origine de ces sauts de la fréquence mais lorsqu'ils surviennent on recommence la mesure pour obtenir un balayage sans saut.

4.3.2.1 Conclusion

De manière générale, la stabilité de la période avec cette méthode est meilleure que celle obtenue avec la méthode précédente. Il semblerait qu'en utilisant une force excitatrice de fréquence constante et d'amplitude du mouvement constante, on améliore nettement la stabilité. Nous ne connaissons toujours pas l'origine du type d'événements (indiqués par ? sur le graphique Fig. 4.20) qui perturbent la mesure. Cependant, ils surviennent aléatoirement à une fréquence d'environ 1 fois

toutes les 40 h. Cela nous permet de faire des mesures en température et de ne garder que les courbes qui n'ont pas de tels sauts aléatoires.

4.3.3 Résultats de mesures : polycristaux

La stabilité de la période nous a permis de réaliser des mesures reproductibles. Nous avons étudié de nombreux cristaux et nous présentons les résultats obtenus dans un polycristal fait à volume constant avec la méthode du blocage capillaire (cf. chapitre 2). La croissance de ce polycristal à volume constant a débuté à 2.55 K et s'est terminée à 1.97 K à une pression finale dans le cristal de 38 bar. La variation de période associée à la croissance du cristal (mass loading) est de 2192 ns. Nous présentons des mesures réalisées à amplitude constante entre 600 et 10 mK, la vitesse indiquée dans la légende est donc la vitesse d'oscillation sur toute la mesure en température. La durée totale d'une mesure est d'environ 12 h, à raison de 30 min par palier de température. Nous comparons sur la Fig. 4.21, la période et le facteur de qualité de l'oscillateur dans un polycristal à un signal de référence mesuré dans le liquide hélium 4 ($P \sim 22$ bar). Les courbes de la Fig. 4.21(a) ont été

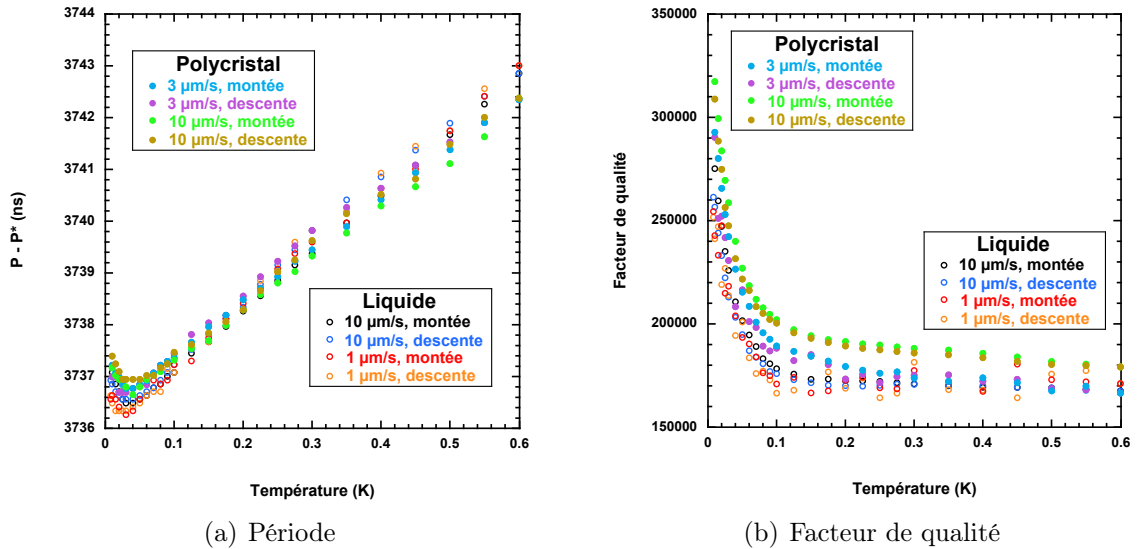


FIGURE 4.21 – Comparaison entre le polycristal BC1 et le signal de référence dans le liquide.

translatées de sorte que la partie haute température de la période du polycristal et du signal dans le liquide se superposent. Les mesures ont été réalisées à 1 et 10 $\mu\text{m/s}$ dans le liquide et 3 et 10 $\mu\text{m/s}$ dans le polycristal. Nous observons que la dépendance en température de la période du polycristal et du liquide ^4He est linéaire au-dessus de 80 mK et que leurs pentes sont légèrement différentes. On trouve en réalisant un ajustement linéaire entre 80 et 600 mK, 11.6 ns.K^{-1} (9.6 mHz.K^{-1}) dans le liquide et 9.9 ns.K^{-1} (8.2 mHz.K^{-1}) dans le polycristal. Cette différence pourrait provenir d'effets dissipatifs de nature différente dans les deux cas. Il faudrait à l'avenir comprendre plus en détails d'où vient cette différence.

D'autre part, les mesures de la période réalisées avec des vitesses d'oscillations de 3 et 10 $\mu\text{m/s}$, montrent un effet non linéaire en dessous de 50 mK relativement faible. Il semblerait que cette méthode de mesure de la période à amplitude et à fréquence d'excitation constante, perturbe moins l'oscillateur que la mesure à tension d'excitation constante. Il est aussi possible que l'électronique utilisée dans cette seconde méthode soit meilleure. Des mesures sur le sujet sont en cours dans notre équipe.

Finalement, nous obtenons des résultats reproductibles en montée et descente en température, signifiant que l'équilibre thermodynamique est atteint à chaque palier de température. La période du polycristal est linéaire entre 600 et 50 mK comme pour le liquide. On en déduit que le polycristal n'a pas d'anomalie de rotation mesurable. Nous n'observons pas de chute de période supérieure à 0.2 ns, c'est-à-dire l'ordre de grandeurs des fluctuations de période dans le polycristal. Cette résolution une fois convertie en fraction supersolide correspond à un NCRI de 0.01 %. On en déduit que si une fraction supersolide existe dans ce polycristal alors elle est inférieure à 0.01 %. La variation du module de cisaillement mesurée dans les expériences du groupe de Beamish est comprise entre 1 et 20 %. D'après le calcul numérique aux différences finies de H. J. Maris exposé dans l'article de 2010 [79]. En utilisant une cellule de géométrie cylindrique (rayon = 5 mm et hauteur 20 mm) similaire à la nôtre et en prenant une variation de 15 %, du module de cisaillement, on trouve que la fraction supersolide apparente est 0.012 %. Dans les expériences du groupe de Beamish, l'hélium est confiné dans un espace très mince ($d \sim 180 \mu\text{m}$) entre les deux transducteurs. Si l'on suppose que cet espace est très petit devant la taille caractéristique des grains du polycristal alors une variation du module de cisaillement de 15 % correspond à une variation du coefficient élastique c_{44} de chaque grain de 39 % [133]. Cette variation de c_{44} de 39 % de chaque grain correspondrait à une variation du module de cisaillement μ du polycristal dans la minibouteille, qui est 3D, de 17 %. D'après le calcul numérique de Maris *et al.* [79] une variation de μ de 17 % correspond à une fraction supersolide apparente de 0.015 %. Une fraction supersolide de 0.01 % est donc comparable avec la fraction supersolide apparente maximale (0.015 %) induite par l'effet élastique dans le cas d'un polycristal dans notre minibouteille, si l'on suppose une augmentation du module de cisaillement de 17 % à basse température. La résolution de notre mesure est donc du même ordre de grandeur que l'effet attendu de l'anomalie élastique dans le polycristal, ce qui ne nous permet pas de la mesurer. Nous verrons plus bas que, pour des monocristaux en revanche, nous avons trouvé une anomalie de rotation assez grande.

4.3.3.1 Conclusion

Nous n'avons pas observé d'anomalie de rotation dans les polycristaux avec nos deux méthodes de mesures. Cette seconde méthode de mesure plus précise, nous permet de définir soit une borne supérieure pour le NCRI (0.01 %) dans le polycristal soit une vitesse d'oscillation critique ($< 3 \mu\text{m/s}$). Nous discutons ces deux possibilités dans la section suivante.

4.3.4 Interprétation des résultats dans les polycristaux

4.3.4.1 Comment expliquer un NCRI inférieur à 0.01 % ?

Les NCRI obtenus dans les différentes expériences d'oscillateurs de torsion sont variables. Les NCRI sont compris entre 0.003 % (D. Y. Kim *et al.* [80]) dans les cellules de torsion les plus rigides et 20 % (Rittner *et al.* [134]) dans des cellules de torsion moins rigides. Après avoir observé le NCRI de polycristaux d'hélium de divers oscillateurs de torsion, il a été proposé par Rittner *et al.* [134] que le rapport surface sur volume (S/V) d'une cellule de torsion était un paramètre pertinent. Ils suggèrent que lorsque le cristal est confiné (S/V grand), le désordre cristallin est mieux stabilisé et donc que le NCRI est plus important. On remarque que dans notre cellule de torsion, le rapport S/V est relativement faible (3.74 cm^{-1}) comparé aux autres cellules de torsion. Il est possible que ce soit l'origine du faible NCRI de notre oscillateur de torsion. Cependant, D. Y. Kim *et al.* [80] obtiennent deux bornes inférieures, 0.007 et 0.008 % pour le NCRI de leurs récentes expériences d'oscillateurs de torsion dans lesquelles leurs cellules ont un rapport S/V relativement grand, respectivement 80 et 100 cm^{-1} . Ce rapport S/V ne semble donc pas être un critère fiable. En revanche, l'effet de l'élasticité de l'hélium sur l'oscillateur de torsion a été analysé par Maris *et al.* [79] et le calcul dans le cas d'une cellule rigide et d'une cellule non rigide est présenté en annexe F. Ce calcul montre que dans le cas d'une cellule non rigide, l'hélium solide joue le rôle de colle entre les différentes parties de la cellule. L'anomalie élastique de l'hélium solide entraîne une modification de la rigidité de la colle et ainsi une variation de fréquence de résonance du système globale. Cette variation de fréquence peut être plus importante pour une cellule non rigide que une cellule très rigide. Cet effet peut imiter l'apparition d'une fraction supersolide importante.

Notre cellule de torsion peut être considérée comme rigide. La minibouteille étant constituée d'un seul bloc, l'hélium solide ne joue pas ou très peu le rôle de colle entre les différentes parties de la cellule de torsion. Cela constitue un point commun avec toutes les cellules de torsion dites rigides dans lesquelles la fraction supersolide mesurée est relativement faible. Par exemple, les récentes expériences de D. Y. Kim *et al.* [80] réalisées dans des cellules très rigides montrent une anomalie de rotation de l'ordre de 0.003 %. Il est donc possible que la fraction supersolide observée dans de nombreux oscillateurs de torsion soit en fait une fraction supersolide apparente liée aux propriétés élastiques de l'hélium solide. Ceci pourrait expliquer pourquoi avec notre résolution de 0.01 % nous n'observons pas d'anomalie de rotation dans la minibouteille. Par ailleurs, si la véritable fraction supersolide est faible, de l'ordre de 0.003 % comme mesurée par D. Y. Kim *et al.* alors une superfluidité du coeur des lignes de dislocation, comme proposé par Boninsegni *et al.* [38], pourrait interpréter cette fraction de 0.003 %. En effet, le principal argument contre cette hypothèse était que la densité de dislocations n'était pas suffisante pour expliquer les fractions supersolides mesurées, de quelques pour cent. Nous calculons l'ordre de grandeur de la fraction supersolide d'une densité de dislocations typique dans un polycristal. En supposant que le coeur des dislocations est supersolide et que la densité linéique le

long d'une ligne ρ_1^s est celle d'une seule rangée d'atome le long de la ligne, on a :

$$\rho_1^s = m_{He} \times \frac{1}{a} \quad (4.47)$$

avec m_{He} la masse d'un atome d'hélium 4 et $a = 3.10^{-8}$ cm la distance interatomique. La densité supersolide volumique pour tout le réseau de dislocations ρ_{dis}^s s'écrit :

$$\rho_{dis}^s = \Lambda \rho_1 = \Lambda \frac{m_{He}}{a} \quad (4.48)$$

où Λ est la densité de dislocations c'est à dire la longueur totale de dislocations par unité de volume. La densité volumique d'hélium ρ_{He} est donnée par :

$$\rho_{He} = m_{He} N_A / V_{mol} \quad (4.49)$$

où N_A est le nombre d'Avogadro et $V_{mol} \simeq 21$ cm³ est le volume molaire du polycristal. On trouve comme valeur approchée de la fraction supersolide du coeur des dislocations NCRI_{dis} :

$$\text{NCRI}_{dis} = \frac{\rho_{dis}^s}{\rho_{He}} = \frac{\Lambda}{a} \frac{V_{mol}}{N_A} \quad (4.50)$$

où l'on a négligé le facteur de tortuosité du réseau de dislocations qui a pour effet de diminuer quelque peu le NCRI_{dis}. La densité de dislocations typique dans un polycristal est comprise entre 3.2×10^9 et 6.4×10^9 cm⁻² d'après Tsuruoka *et al.* [135]. On trouve donc que la fraction supersolide est comprise entre 3.7×10^{-6} et 7.4×10^{-6} . C'est moins d'un ordre de grandeur plus faible que ce qui est observé par D.Y. Kim *et al.* [80]. On comprend que cette possibilité de supersolidité des lignes de dislocations pourrait être responsable des faibles fractions supersolide observées. Par ailleurs, une interprétation de la connexion entre supersolidité des lignes de dislocation et anomalie élastique a été proposé par Balibar à la référence [129]. Il propose le scénario suivant : le coeur des dislocations est supersolide seulement si les lignes ne fluctuent pas. Les fluctuations transverses des lignes induisent des courants de masse or le courant de masse est la quantité conjuguée de la phase de la fonction d'onde du superfluide. Ainsi lorsque une dislocation fluctue, les courants de masse induisent des fluctuations de phase et les fluctuations de phase peuvent détruire la supersolidité de la ligne. Á basse température, les ³He piègent les dislocations qui ne fluctuent plus. Cela permet à la cohérence de phase de s'établir sur les lignes de dislocation. Ce scénario permet d'expliquer pourquoi les deux effets, l'augmentation du module de cisaillement et la fraction supersolide apparaissent à la même température.

4.3.4.2 Vitesse critique ou contrainte critique ?

Dans les précédentes expériences d'oscillateur de torsion, la diminution de l'anomalie de rotation à forte amplitude d'oscillation est interprétée en termes de vitesse critique. Si la vitesse critique dans notre oscillateur de torsion était inférieure à 3 $\mu\text{m/s}$, on en comprend pas la raison puisque cette vitesse critique est généralement plus importante dans les autres oscillateurs de torsion. Cependant, il est possible que l'anomalie de rotation mesurée soit plutôt sensible à une contrainte et donc à

l'accélération plutôt qu'à la vitesse des oscillations. Les expériences étant réalisées à une seule fréquence, la fréquence de résonance de l'oscillateur, il n'est pas possible de trancher entre une vitesse critique ou une contrainte critique. On notera cependant que l'expérience de Aoki *et al.* [36] d'un système de deux oscillateurs de torsion couplés ayant donc deux fréquences propres semble indiquer que l'anomalie de rotation est liée à une vitesse.

Notre cellule de torsion est principalement de forme cylindrique. Les NCRI les plus importants sont trouvés dans des cellules de géométrie annulaire. On remarque que pour même vitesse d'oscillation et pour un rayon de la cellule de torsion semblable, la contrainte inertielle est plus grande dans une cellule cylindrique que dans une cellule de géométrie annulaire. Le cristal n'étant pas infiniment rigide, lorsqu'il est soumis à la contrainte imposée par les parois de la cellule, il se déforme avec un certain retard. Le cristal est donc soumis à des contraintes inertielles. Lorsqu'on écrit la relation fondamentale de la dynamique pour le cristal dans le repère du laboratoire, on doit ajouter la contribution des contraintes inertielles. En géométrie cylindrique la contrainte inertielle σ_{cyl} calculée à la périphérie du cylindre est :

$$\sigma_{cyl} = \frac{1}{4} \rho_{He} R \omega v_{rim} \quad (4.51)$$

où ρ_{He} est la masse volumique de l'hélium solide, R le rayon du cylindre, ω la pulsation de l'excitation et v_{rim} la vitesse de l'oscillation sur le rayon du cylindre. En géométrie annulaire la contrainte inertielle σ_{ann} est :

$$\sigma_{ann} = \frac{1}{2} \rho_{He} t \omega v_{rim} \quad (4.52)$$

où t est la largeur de l'anneau. L'ordre de grandeur de la contrainte inertielle dans la minibouteille, à une vitesse d'oscillation de $3 \mu\text{m/s}$ est de l'ordre de 5 mPa . En prenant un oscillateur de torsion de géométrie annulaire, pour une même vitesse des oscillations la contrainte inertielle est multipliée par un facteur $2t/R$. Par exemple, l'oscillateur de torsion utilisé dans le groupe de Penn State, décrit dans l'article de E. Kim [23], la contrainte inertielle pour une vitesse de $3 \mu\text{m/s}$ est de l'ordre de 0.2 mPa . Si le mécanisme physique à l'origine de l'apparition de l'anomalie de rotation est sensible à une contrainte plutôt qu'à une vitesse d'oscillation (par exemple, le décrochement des ^3He le long des lignes de dislocation) alors il serait possible que notre vitesse d'oscillation minimum ($\sim 3 \mu\text{m/s}$) soit déjà trop grande compte tenu de la géométrie de notre oscillateur de torsion. La contrainte seuil de non linéarité dans les expériences d'élasticité des cristaux d'hélium, associée au décrochement d'impureté ^3He le long des lignes de dislocation dans un polycristal à 18 mK , est de l'ordre de 200 mPa [44]. Cette contrainte est cependant 40 fois plus importante que la contrainte inertielle maximum à la périphérie de la minibouteille. Il est donc peu probable qu'à $3 \mu\text{m/s}$ nous décrochions les impuretés ^3He des lignes de dislocations.

4.3.4.3 Résumé et conclusion

Notre expérience dans les polycristaux jette un doute sur l'interprétation de l'anomalie de rotation en terme de supersolidité. Il est possible que si une fraction

supersolide existe dans les polycristaux d'hélium 4 elle soit très faible, de l'ordre de 0.003 % ou même inférieure. Afin de mesurer une fraction supersolide de cet ordre, il est nécessaire de réaliser une cellule de torsion très rigide pour que la fraction supersolide apparente induite par l'anomalie élastique du cristal soit plus faible. La minibouteille que nous avons construite était rigide, cependant notre résolution n'était pas suffisante pour mesurer une fraction supersolide. Le changement de méthode de mesure nous a permis d'obtenir une meilleure résolution de la période de résonance de l'oscillateur mais cela n'était pas encore suffisant. Pour améliorer la résolution d'un oscillateur de torsion, il faut que les matériaux utilisés soit suffisamment légers et que la géométrie de la cellule soit telle que l'hélium solide se trouve loin de l'axe de rotation pour que le moment d'inertie du cristal d'hélium soit grand. En d'autres termes, il faut que le "mass loading" soit grand. Un grand facteur de qualité est aussi important pour que le bruit de mesure soit faible, ce qui est possiblement réalisable en diminuant le diamètre de notre tige de torsion. De même, il est nécessaire de comprendre l'origine de l'effet non linéaire à basse température dans la tige de torsion afin de le dissocier de la dépendance en amplitude dans l'hélium solide. Enfin, les mesures d'oscillateur de torsion sont relativement longues puisqu'il faut moyenner la période un certain temps, à chaque palier de température. Il faut donc que la stabilité de l'oscillateur soit maintenue pendant plusieurs heures.

En conclusion, si la véritable fraction supersolide dans les polycristaux d'hélium 4 est très faible (0.004 %) alors l'interprétation de l'effet supersolide par la superfluidité du coeur des lignes de dislocation redevient envisageable (voir chapitre 1). Le principal argument contre cette hypothèse était que les densités de dislocations dans les polycristaux n'étaient pas suffisantes pour expliquer de relativement grands NCRI. Il devient nécessaire de définir avec précision la densité de dislocations dans les différents type de cristaux que l'on peut réaliser. Une expérience de mesure de la densité de dislocations dans les monocristaux de différentes qualités et les polycristaux est en cours de réalisation dans notre équipe.

4.3.5 Résultats de mesures : monocristaux

Nous avons réalisé un monocristal à partir du superfluide à 10 mK à une vitesse de croissance de $10 \mu\text{m/s}$. Cependant, les résultats de mesures dans ce cristal n'étaient pas reproductibles. La présence de sauts de la fréquence de résonance de l'ordre de $\sim 1 \text{ mHz}$ ($\sim 1 \text{ ns}$ sur la période) se produisant environ toutes les heures empêchait la mesure en température durant 12 heures. Ce type de comportement avait été observé avec la précédente méthode également et un recuit du cristal nous avait permis de stabiliser la mesure. Nous avons recuit ce cristal à 1.4 K, en fondant 10 % du cristal et en le faisant croître à nouveau à $3 \mu\text{m/s}$ ce qui en refroidissant, a éventuellement cristallisé le liquide restant et fait sortir le cristal étudié de l'équilibre liquide-solide. Ce cristal est nommé monocristal #1. Nous avons réalisé un deuxième monocristal à partir d'un nouveau germe et nous lui avons fait subir un recuit à 1.45 K, en fondant et en faisant croître à nouveau 20 % du cristal. Sont présentés Fig.4.22, les résultats obtenus dans les deux monocristaux et dans le polycristal.

Le décalage en fréquence en fonction de la température, présenté Fig. 4.22 est

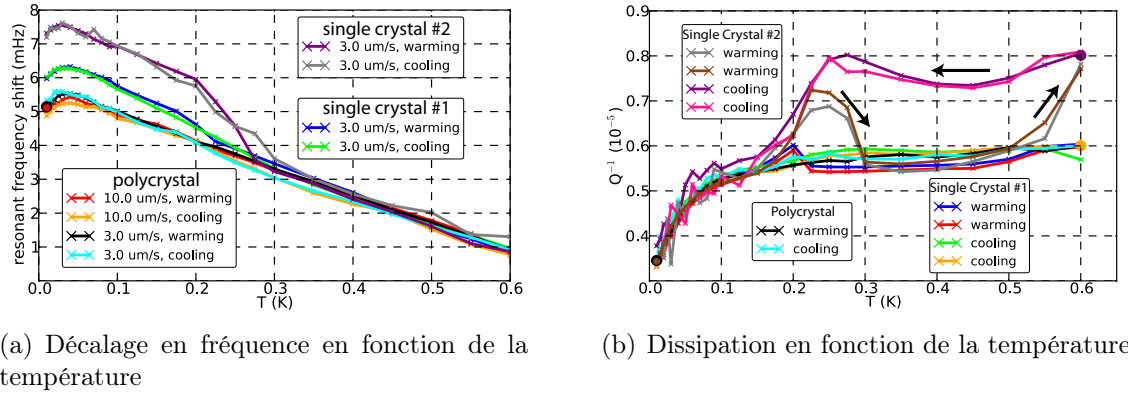


FIGURE 4.22 – Dépendance en température de la fréquence de résonance et de la dissipation du polycristal et des deux monocristaux #1 et #2

la différence entre la fréquence de résonance de l'oscillateur et une fréquence de référence. Une mesure de la résonance par balayage en fréquence est réalisée avant et après chaque montée ou descente en température. Nous ajustons la courbe obtenue par une lorentzienne et nous déterminons les meilleurs paramètres d'ajustement, fréquence et facteur de qualité. Ces mesures nous permettent de confirmer que la fréquence de résonance et le facteur de qualité calculés à partir du signal en phase et quadrature de phase de l'oscillateur excité à une fréquence et une amplitude fixe sont corrects. Le cercle rouge et noir présent à 10 mK sur la figure correspond au meilleurs paramètres de l'ajustement lorentzien réalisé sur la mesure de la résonance dans le polycristal. Nous observons que la pente du décalage de fréquence en fonction de la température est similaire dans la partie haute température pour le polycristal et les deux monocristaux. En faisant un ajustement linéaire de la fréquence entre 400 et 600 mK dans les monocristaux, on trouve une pente de 8.2 mHz.K^{-1} (9.92 ns.K^{-1}), la même que dans le cas des polycristaux. Les pentes étant similaires, nous choisissons le polycristal comme signal de référence. Nous présentons Fig. 4.23 le décalage en fréquence en fonction de la température dans les monocristaux duquel nous avons soustrait le signal de référence dans le polycristal. Les cercles à 10 mK et 600 mK sont aussi des vérifications de la fréquence de résonance et du facteur de qualité de l'oscillateur. Nous observons un bon accord entre les valeurs calculées et les vérifications.

Nous observons une augmentation de fréquence de résonance de 1 mHz dans le monocristal #1 et de 2 mHz dans le monocristal #2 en dessous de 300 mK. La température à laquelle la moitié de la transition a eu lieu est de 200 mK pour le monocristal #1 et de 250 mK pour le monocristal #2. La courbe en pointillés noirs Fig. 4.23 représente la dépendance en température de l'anomalie de rotation et de l'anomalie élastique mesurées dans d'autres expériences [44] réalisées dans des polycristaux d'hélium 4 de pureté naturelle (300 ppb), identique à celle que nous utilisons. Dans ces expériences, la température à laquelle la moitié de la transition a eu lieu est de 100 mK. Nous constatons que l'anomalie que nous observons apparaît à plus haute température. Cet effet est reproductible à différentes vitesses, 0.5, 1 et

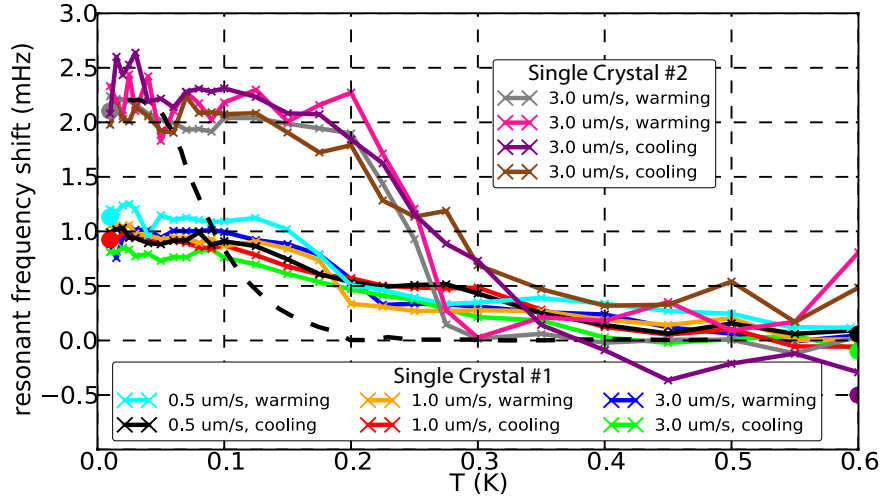


FIGURE 4.23 – Dépendance en température du décalage en fréquence dans les monocristaux par rapport au signal de référence dans le polycristal.

3 $\mu\text{m/s}$ pour le monocristal #1. Nous n'avons pas trouvé de vitesse critique au delà de laquelle l'effet disparaît mais nous n'avons pas eu le temps d'utiliser des vitesses d'oscillation plus grandes. Nous observons que l'effet est reproductible entre la montée et la descente en température pour les deux échantillons. La dissipation présentée Fig. 4.22 est l'inverse du facteur de qualité de l'oscillateur. Ces courbes montrent un pic de dissipation dans le milieu de la transition, à 200 mK pour le monocristal #1 et à 250 mK pour le monocristal #2. Les courbes de dissipation montrent une hysteresis entre montée et descente en température dans les monocristaux. À 600 mK la montée en température ferme la boucle d'hysteresis. Cette hysteresis est plus marquée dans le monocristal #2 qui montre également un décalage en fréquence plus important.

D'après les précédents résultats d'oscillateurs de torsion (cf. chapitre 1), on s'attend à trouver un pic de dissipation dans le milieu de la transition liée à l'anomalie de rotation de l'hélium solide. Cependant, l'allure générale des courbes de la dissipation ne correspond pas à ce qui a été observé jusqu'à maintenant. Il est donc difficile d'interpréter les résultats sur la dissipation.

4.3.6 Interprétation des résultats dans les monocristaux

4.3.6.1 Nature de l'anomalie observée

L'amplitude et la température du décalage en fréquence observées dans les monocristaux sont reproductibles en montée et en descente en température ainsi qu'à différentes vitesses d'oscillations. Ils sont aussi différents d'un échantillon à l'autre. Le décalage en fréquence n'étant pas observé dans les polycristaux, nous supposons qu'il doit être associé à un changement d'élasticité des monocristaux plutôt qu'à l'apparition d'une fraction supersolide. En effet, l'anomalie élastique c'est à dire la variation du module de cisaillement (ou du coefficient c_{44}) est plus grande dans les

monocristaux que dans les polycristaux. L'amplitude du décalage en fréquence mesurée dans les monocristaux #1 et #2 est de 1 mHz et 2 mHz. Le fait que cette amplitude du décalage en fréquence soit différente dans le monocristal #1 et dans le monocristal #2 peut être interprété par une orientation cristalline différente dans ces deux monocristaux. En effet, on admet généralement que dans les monocristaux l'anomalie élastique concerne uniquement le mouvement des dislocations dans des plans particuliers, les plans de base de la structure (ou plans **c**). Une même variation du coefficient élastique associé au mouvement des dislocations dans ces plans donnera une variation différente selon l'orientation du monocristal dans la minibouteille. Le mouvement de glissement des dislocations est connu pour être plus facile dans les plans parallèles au plan de base de la structure hexagonale compacte. En effet, les dislocations glissent plus facilement dans les plans cristallins de forte densité car la distance interatomique est plus petite. Le coefficient élastique associé au mouvement des dislocations dans les plans parallèles au plan de base de la structure hexagonale compacte est le coefficient c_{44} (voir chapitre 3). D'un point de vue quantitatif, la variation de fréquence de 2 mHz observée dans le monocristal #2 ne peut cependant pas s'expliquer par une variation de c_{44} seule. La fraction supersolide apparente associée à une variation de 2 mHz est de 0.1 %, alors qu'une variation de c_{44} de 100 % ne peut produire qu'une variation de fréquence de 0.04 %. Cette valeur est déterminée d'après le calcul numérique aux différences finies réalisé par H. J. Maris [79]. Si l'on suppose que le glissement des dislocations est aussi possible dans d'autres plans de forte densité que les plans parallèles aux plans **c** alors la variation de fréquence observée peut s'expliquer par une variation de plusieurs coefficients élastiques. Les plans parallèles aux plans **a** de la structure hexagonale compacte constituent de bons candidats étant donné qu'ils sont les plus denses après les plans **c**. Dans une structure hexagonale compacte, le rapport de la densité à 2 dimensions d'un plan **a** sur la densité à 2 dimensions d'un plan **c** est donnée par l'inverse du rapport des distances interréticulaires de ces mêmes plans. Le rapport des densités à 2D des plans **a** et **c** est :

$$\frac{\rho_a^{2D}}{\rho_c^{2D}} = 0.94 \quad (4.53)$$

Les densités sont très proches, il ne serait pas impossible que le mouvement des dislocations se fasse aussi dans les plans **a**. Le coefficient $c_{66} = (c_{11} - c_{12})/2$ est associé au mouvement des dislocations dans les plans parallèles aux plans **a**. Si les coefficients c_{44} et c_{66} présentent une anomalie à basse température cela pourrait expliquer la variation de fréquence de résonance de 2 mHz observée dans le monocristal #2. Il est à noter que la température de transition que nous avons observée est relativement plus importante (~ 250 mK) que celle habituellement observée (~ 70 mK) avec une pureté en ^3He de 300 ppb. Cette différence de température pourrait s'expliquer par la nature du piégeage des dislocations sur les parois de la cellule. La contrainte mécanique appliquée sur le cristal d'hélium est maximale sur les parois de l'oscillateur et il est possible que la nature du piégeage des dislocations sur ces parois soit pertinente pour le problème posé. Le décrochement des dislocations des parois pourrait déclencher la transition de l'état solide vers l'état mou du cristal ^4He . Par exemple, par un décrochement en chaîne : les dislocations se décrochent des parois

puis ensuite elles se décrochent plus facilement des impuretés ^3He . Les parois dans la minibouteille sont uniquement en saphir alors que dans les autres oscillateurs de torsion elles sont en Mg, Al ou autre. Si l'énergie de piégeage des dislocations est plus grande sur une surface en saphir que sur une surface en métal alors la transition sera à plus haute température.

4.3.6.2 Conclusion et perspectives

Nous avons progressé dans notre compréhension de la mesure de l'oscillateur de torsion. Finalement nous avons observé une variation de fréquence dans les monocristaux. Cette variation de fréquence observée de 2 mHz nous amène à considérer que d'autres coefficients élastiques sont susceptibles de présenter une anomalie à basse température dans l'hélium solide. Une expérience, permettant de mesurer la dépendance en température des coefficients élastiques c_{ij} de monocristaux d'hélium 4 orientés, est en cours de réalisation en ce moment dans le cadre de la thèse d'Ariel Haziot et en collaboration avec le professeur John Beamish. Cette expérience devrait permettre d'extraire les dépendances en température des coefficients élastiques séparément dans des monocristaux de différentes qualités et de différentes puretés.

Conclusion

Nous avons étudié la résonance acoustique de différents cristaux ^4He . Nous avons préparé différents échantillons et notamment des monocristaux ultrapurs et de très bonne qualité. En mesurant l'orientation cristalline, nous avons pu calculer les modes de résonance acoustiques des cristaux à partir des coefficients élastiques mesurés par Greywall à 1 K. En utilisant différents traitements thermiques, nous avons pu étudier des cristaux ayant la même orientation mais des qualités et des puretés cristallines différentes. Nous avons ainsi montré que tous ces cristaux avaient le même état rigide à basse température (~ 20 mK) mais qu'ils se ramollissaient à plus haute température (> 100 mK). Le calcul numérique était en accord avec la valeur de la fréquence (19.2 ± 0.2 kHz) dans l'état rigide des cristaux. Un résultat conforme à l'idée que les dislocations sont bloquées par les phonons au dessus de 1 K et peuvent être piégées par des impuretés ^3He à basse température. Les ramollissements observés dans le régime intermédiaire sont relativement importants et ne peuvent, pour la plupart, s'interpréter qu'en considérant que le réseau de dislocations est organisé en joints de grains de faibles désorientations. En ne considérant que la variation du coefficient c_{44} , nous avons vu que la déformation du cristal est telle que les dislocations parcourent des distances macroscopiques (quelques μm) à des vitesses relativement importantes (quelques m/s). La grande mobilité de ces dislocations qui coopèrent entre elles et ramollissent le cristal est liée à la plasticité quantique du cristal d'hélium. Il s'agit d'un champ de recherche nouveau qu'il serait intéressant d'étudier davantage. On a montré qu'un cristal frais de croissance, sans impuretés ^3He , était mou, même à 22 mK. De nouvelles expériences sur ces cristaux frais de croissance sans la présence de liquide dans la cellule permettraient de vérifier si la transition rugueuse des lignes de dislocations existe en l'absence totale d'impuretés et ainsi de mieux comprendre la théorie quantique des dislocations.

De plus, le problème de la supersolidité a de grande chance d'être connecté à cette physique des dislocations. Entre le début et la fin de ma thèse, la communauté du supersolide est passée progressivement de modèles théoriques basés sur la condensation de lacunes à des modèles basés sur les propriétés des dislocations. Dans le but d'étudier la connexion entre la physique des dislocations et la supersolidité. Nous avons étudié différents types de cristaux avec un oscillateur de torsion transparent afin de mesurer une éventuelle variation de l'inertie de ces cristaux. Dans cet oscillateur, nous n'avons pas mesuré d'anomalie de rotation dans les polycristaux alors que les monocristaux en présentaient une relativement grande. Ce résultat nous a permis de comprendre que dans de nombreux oscillateurs l'anomalie observée était en fait une anomalie élastique. À l'avenir, il sera important de réaliser des mesures

dans des oscillateurs de torsion rigides comme le nôtre afin de ne pas confondre les deux anomalies. Les résultats dans les monocristaux montrent que l'anomalie observée est probablement liée à des dislocations dont le mouvement peut s'effectuer aussi dans d'autres plans de glissement que les plans \mathbf{c} auxquels on pense généralement. Ces mouvements impliqueraient d'autres coefficients élastiques que c_{44} et il serait intéressant de vérifier si ces coefficients montrent une anomalie élastique. On pourrait, par exemple, mesurer plusieurs modes (5 modes) de résonance pour différentes orientations cristallines. Nous aurions assez d'information pour connaître lesquels de ces coefficients élastiques montrent une anomalie. Pour suivre l'évolution en température d'autant de modes, la géométrie de la cellule doit être bien choisie de sorte que les modes de résonance parasites de la cellule en cuivre soient repoussés à haute fréquence.

Bibliographie

- [1] S. Balibar, *Journal of Low Temperature Physics* **146**, 441 (2007).
- [2] A. Griffin, *Physics World* **21**, 27 (2008).
- [3] J. Allen, A. Misener, *Nature* **141**, 75 (1938).
- [4] P. Kapitza, *Nature* **141**, 75 (1938).
- [5] L. Tisza, *Nature* **141**, 913 (1938).
- [6] P. Nozières, D. Pines, *The theory of quantum liquids* (Addison-Wesley, 1989).
- [7] E. Andronikashvili, *Journal of Physics-USSR* **10** (1946).
- [8] F. London, *Physical Review* **54**, 947 (1938).
- [9] L. D. Landau, *J. Phys USSR* **5** (1941).
- [10] O. Penrose, *Phil. Mag.* **42** (1951).
- [11] J. Wilks, *The properties of liquid and solid helium* (Oxford, Oxford, 1967).
- [12] J. Wilks, D. S. Betts, *A Introduction to Liquid Helium* (Clarendon Press, 1989).
- [13] R. B. Hallock, *American Journal of Physics* **50**, 202 (1982).
- [14] D. Thouless, *Annals of Physics* **427**, 403 (1969).
- [15] A. F. Andreev, I. Lifshitz, *Sov. Phys. JETP* **29**, 1107 (1969).
- [16] L. Reatto, *Physical Review* **183**, 334 (1969).
- [17] G. Chester, *Physical Review A* **2**, 256 (1970).
- [18] A. Leggett, *Physical Review Letters* **25**, 1543 (1970).
- [19] Y. Imry, M. Schwartz, *Journal of Low Temperature Physics* **21**, 543 (1975).
- [20] S. Balibar, F. Caupin, *Journal of Physics : Condensed Matter* **20**, 173201 (2008).
- [21] G. Agnolet, D. McQueeney, J. D. Reppy, *Physical Review B* **39**, 13 (1989).
- [22] D. Bishop, M. Paalanen, J. D. Reppy, *Physical Review B* **24**, 2844 (1981).
- [23] E. Kim, M. H. W. Chan, *Nature* **427**, 225 (2004).
- [24] E. Kim, M. H. W. Chan, *Science (New York, N.Y.)* **305**, 1941 (2004).
- [25] A. Rittner, J. D. Reppy, *Physical Review Letters* **101**, 15 (2008).
- [26] J. D. Reppy, *Physical review letters* **104**, 255301 (2010).
- [27] X. Mi, E. Mueller, J. Reppy, *Arxiv preprint arXiv :1109.6818* (2011).

- [28] J. T. West, O. Syshchenko, J. Beamish, M. H. W. Chan, *Nature Physics* **5**, 598 (2009).
- [29] H. Choi, D. Takahashi, K. Kono, E. Kim, *Science (New York, N.Y.)* **1512** (2010).
- [30] D. Ceperley, B. Bernu, *Physical review letters* **93**, 155303 (2004).
- [31] N. Prokof'ev, *Advances in Physics* **56**, 381 (2007).
- [32] M. Boninsegni, *et al.*, *Physical Review Letters* **97**, 8 (2006).
- [33] E. Kim, M. H. W. Chan, *Physical Review Letters* **97**, 11 (2006).
- [34] A. Rittner, J. D. Reppy, *Physical Review Letters* **97**, 16 (2006).
- [35] M. Kondo, S. Takada, Y. Shibayama, K. Shirahama, *Journal of Low Temperature Physics* **148**, 695 (2007).
- [36] Y. Aoki, J. Graves, H. Kojima, *Physical Review Letters* **99**, 1 (2007).
- [37] A. Penzev, Y. Yasuta, M. Kubota, *Physical Review Letters* **101**, 6 (2008).
- [38] M. Boninsegni, *et al.*, *Physical Review Letters* **99**, 3 (2007).
- [39] L. Pollet, *et al.*, *Physical Review Letters* **98**, 13 (2007).
- [40] A. Clark, J. Maynard, M. H. W. Chan, *Physical Review B* **77**, 18 (2008).
- [41] E. Kim, *et al.*, *Physical Review Letters* **100**, 6 (2008).
- [42] I. Iwasa, H. Suzuki, *Journal of the Physical Society of Japan* **49** (1980).
- [43] M. Paalanen, D. Bishop, H. Dail, *Physical Review Letters* **46**, 664 (1981).
- [44] J. Day, J. Beamish, *Nature* **450**, 853 (2007).
- [45] J. Day, O. Syshchenko, J. Beamish, *Physical Review B* **79**, 214524 (2009).
- [46] Y. Mukharsky, O. Avenel, E. Varoquaux, *Journal of Low Temperature Physics* **148**, 689 (2007).
- [47] Y. Mukharsky, a. Penzev, E. Varoquaux, *Physical Review B* **80**, 14 (2009).
- [48] A. Penzyev, E. Varoquaux, Y. Mukharsky, *Proceedings of the Low Temperature International Conference 26* **11P-A021** (2011).
- [49] A. H. Cottrell, *Dislocations and Plastic Flow in Crystals* (Clarendon Press, Oxford, 1953).
- [50] J. Friedel, *Dislocations* (Pergamon, New York, 1964).
- [51] J. P. Hirth, J. Lothe, *Theory of Dislocations* (Wiley, New York, 1982).
- [52] I. Iwasa, K. Araki, H. Suzuki, *Journal of the Physical Society of Japan* **46** (1979).
- [53] J. Beamish, J. Franck, *Physical Review Letters* **47**, 1736 (1981).
- [54] J. Beamish, J. Franck, *Physical Review B* **26**, 11 (1982).
- [55] J. Beamish, J. Franck, *Physical Review B* **28**, 1419 (1983).
- [56] Y. Hiki, F. Tsuruoka, *Physical Review B* **27**, 696 (1983).
- [57] H. Suzuki, *Journal of the Physical Society of Japan* **35**, 1472 (1973).

- [58] V. L. Tsymbalenko, *Sov. Phys. JETP* **49** (1979).
- [59] L. P. Mezhov-Deglin, *Sov. Phys. JETP* **19**, 1297 (1964).
- [60] L. P. Mezhov-Deglin, *Sov. Phys. JETP* **22**, 47 (1966).
- [61] L. P. Mezhov-Deglin, *Sov. Phys. JETP* **25**, 568 (1967).
- [62] S. Lau, A. J. Dahm, *Le Journal de Physique Colloques* **39** (1978).
- [63] I. Iwasa, *et al.*, *Journal of Low Temperature Physics* **100**, 147 (1995).
- [64] I. Iwasa, *Physical Review B* **66**, 14 (2002).
- [65] C. Burns, *et al.*, *Physical Review B* **78**, 22 (2008).
- [66] J. Bossy, *et al.*, *to be submitted* (2011).
- [67] A. Granato, K. Lucke, *Journal of Applied Physics* **27**, 583 (1956).
- [68] O. Syshchenko, J. Day, J. Beamish, *Physical Review Letters* **104**, 19 (2010).
- [69] B. V. Petukhov, V. Pokrovskii, *SOVIET PHYSICS JETP* **36** (1973).
- [70] D. Aleinikava, E. Dedits, A. Kuklov, *Journal of Low Temperature Physics* **162**, 1 (2011).
- [71] D. Aleinikava, A. Kuklov, *Physical Review Letters* **106**, 23 (2011).
- [72] Z. Nussinov, A. Balatsky, M. Graf, S. Trugman, *Physical Review B* **76**, 014530 (2007).
- [73] P. W. Anderson, *Physical Review Letters* **100**, 21 (2008).
- [74] C. Yoo, A. Dorsey, *Physical Review B* **79**, 100504 (2009).
- [75] B. Hunt, Relaxation Dynamics Of Solid Helium-4, Ph.D. thesis, Cornell University (2009).
- [76] B. Hunt, *et al.*, *Science (New York, N.Y.)* **324**, 632 (2009).
- [77] J. Su, M. Graf, A. Balatsky, *Journal of Low Temperature Physics* **2**, 1 (2010).
- [78] P. W. Anderson, *Arxiv preprint arXiv :1111.1707* (2011).
- [79] H. J. Maris, S. Balibar, *Journal of Low Temperature Physics* pp. 1–11 (2011).
- [80] D. Y. Kim, J. T. West, T. A. Engstrom, N. Mulders, M. H. W. Chan, *submitted to PRL* (2011).
- [81] J. Dash, J. Wettlaufer, *Physical Review Letters* **94**, 23 (2005).
- [82] P. W. Anderson, *Nature Physics* **3**, 160 (2007).
- [83] J. Day, J. Beamish, *Physical Review Letters* **96**, 10 (2006).
- [84] S. Sasaki, R. Ishiguro, F. Caupin, H. J. Maris, S. Balibar, *Science (New York, N.Y.)* **313**, 1098 (2006).
- [85] S. Sasaki, F. Caupin, S. Balibar, *Physical Review Letters* **99**, 20 (2007).
- [86] M. W. Ray, R. B. Hallock, *Physical Review Letters* **100**, 23 (2008).
- [87] M. W. Ray, R. B. Hallock, *Journal of Low Temperature Physics* **162**, 421 (2010).
- [88] M. W. Ray, R. B. Hallock, *Physical Review Letters* **105**, 14 (2010).

- [89] X. Lin, A. Clark, M. H. W. Chan, *Nature* **449**, 1025 (2007).
- [90] X. Lin, A. Clark, Z. Cheng, M. H. W. Chan, *Physical Review Letters* **102**, 12 (2009).
- [91] I. A. Todoshchenko, *et al.*, *Physical Review Letters* **97**, 16 (2006).
- [92] I. A. Todoshchenko, *et al.*, *Journal of Low Temperature Physics* **150**, 258 (2007).
- [93] L. Yin, J. S. Xia, C. Huan, N. S. Sullivan, M. H. W. Chan, *Journal of Low Temperature Physics* **162**, 407 (2010).
- [94] E. Blackburn, *et al.*, *Physical Review B* **76**, 2 (2007).
- [95] A. Braslau, S. Ravy, J. Bossy, Y. Mukharsky, *Proceedings of the Low Temperature International Conference 26* **11P-A022** (2011).
- [96] S. Kim, *et al.*, *Physical Review Letters* **106**, 18 (2011).
- [97] R. Toda, *et al.*, *Physical Review B* **81**, 214515 (2010).
- [98] X. Chavanne, Etude du régime turbulent en convection de Rayleigh-Bénard dans l'hélium liquide ou gazeux autour de 5 K., Ph.D. thesis (1998).
- [99] A. Raccanelli, L. A. Reichertz, E. Kreysa, *Cryogenics* **41**, 763 (2001).
- [100] P. Gorla, C. Bucci, S. Pirro, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **520**, 641 (2004).
- [101] J. A. Hoffmann, Superfluid 4He : On $\sin \phi$ Josephson Weak Links and Dissipation of Third Sound, Ph.D. thesis, University of California at Berkeley (2001).
- [102] K. Keshishev, A. Parshin, A. Babkin, *JETP Lett* **30**, 56 (1979).
- [103] S. Balibar, *Journal of low temperature physics* (2002).
- [104] S. Balibar, H. Alles, A. Parshin, *Reviews of Modern Physics* **77**, 317 (2005).
- [105] P. Wolf, F. Gallet, S. Balibar, E. Rolley, P. Nozieres, *Journal de Physique* **46**, 1987 (1985).
- [106] F. Gallet, S. Balibar, E. Rolley, *Journal de Physique* **48**, 369 (1987).
- [107] J. Ruutu, *et al.*, *Physical review letters* **76**, 4187 (1996).
- [108] J. Ruutu, P. Hakonen, A. Babkin, A. Parshin, G. Tvalashvili, *Journal of low temperature physics* **112**, 117 (1998).
- [109] E. Rolley, C. Guthmann, *Physical Review Letters* **98**, 166105 (2007).
- [110] O. Syshchenko, J. Beamish, *Journal of Low Temperature Physics* **150**, 276 (2008).
- [111] A. R. Allen, M. G. Richards, J. Schratte, *Journal of Low Temperature Physics* **47**, 289 (1982).
- [112] J. Schratte, A. R. Allen, M. Richards, *Journal of Low Temperature Physics* **57**, 179 (1984).
- [113] N. S. Sullivan, *Applied Magnetic Resonance* **372**, 361 (1995).

- [114] M. Roger, J. Hetherington, *Reviews of Modern Physics* (1983).
- [115] D. Ceperley, G. Jacucci, *Physical review letters* **58**, 16 (1987).
- [116] D. O. Edwards, S. Balibar, *Physical review. B, Condensed matter* **39**, 4083 (1989).
- [117] B. Diu, C. Guthmann, D. Lederer, B. Roulet, *Physique Statistique* (Hermann, 1989).
- [118] L. Landau, E. Lifchitz, A. Kosevich, *Théorie de l'élasticité* (Editions Mir, 1990).
- [119] H. Lamb, *Proceedings of the London Mathematical Society* **1**, 189 (1881).
- [120] H. J. Maris, *Journal of Low Temperature Physics* **129**, 1 (2002).
- [121] D. Greywall, *Physical Review B* **16**, 5127 (1977).
- [122] J. Day, O. Syshchenko, J. Beamish, *Physical Review Letters* **104**, 7 (2010).
- [123] J. Day, T. Herman, J. Beamish, *Physical Review Letters* **95**, 3 (2005).
- [124] E. Grilly, R. Mills, *Annals of Physics* **8**, 1 (1959).
- [125] E. Grilly, *Journal of Low Temperature Physics* **11**, 33 (1973).
- [126] R. Crepeau, O. Heybey, D. Lee, S. Strauss, *Physical Review A* **3**, 1162 (1971).
- [127] I. Iwasa, *Physical Review B* **81**, 10 (2010).
- [128] X. Rojas, A. Haziot, V. Bapst, S. Balibar, H. Maris, *Physical Review Letters* **105**, 145302 (2010).
- [129] S. Balibar, *Nature* **464**, 176 (2010).
- [130] R. C. Richardson, E. N. Smith, *Experimental techniques in condensed matter physics at low temperatures* (Addison-Wesley, 1988).
- [131] A. Clark, Superflow in quantum solids, Ph.D. thesis, The Pennsylvania State University (2007).
- [132] G. Morley, *et al.*, *Journal of low temperature physics* **126**, 557 (2002).
- [133] H. J. Maris, S. Balibar, *Journal of Low Temperature Physics* **160**, 5 (2010).
- [134] A. S. C. Rittner, J. D. Reppy, *Journal of Low Temperature Physics* **148**, 671 (2007).
- [135] F. Tsuruoka, Y. Hiki, *Physical Review B* **20**, 2702 (1979).
- [136] N. Ashcroft, N. Mermin, *Solid State Physics* (W.B. Saunders, 1976).
- [137] C. Pantalei, X. Rojas, D. O. Edwards, H. J. Maris, S. Balibar, *Journal of Low Temperature Physics* **159**, 452 (2010).
- [138] E. Grilly, *Journal of Low Temperature Physics* **4**, 615 (1971).
- [139] D. Royer, E. Dieulesaint, *Ondes élastiques dans les solides* (Masson, 1996).

Annexe A

Un modèle simple pour la délocalisation d'une lacune

Comme expliqué dans le chapitre 1, la présence de lacunes dans un cristal ^4He à $T = 0$ pourrait être essentielle dans le problème de la supersolidité. Dans cette limite de température nulle, seuls les états fondamentaux doivent être considérés. En particulier, pour décider du problème ci-dessus, il faut décider si, en enlevant un (et ensuite plusieurs) atome au réseau l'énergie du cristal diminue ou augmente.

Soit fixée à 0 l'énergie du cristal commensurable, i.e. avec un atome sur chaque site du réseau. Une configuration avec une lacune (voir Fig. A.1) est classiquement (i.e. dans la limite $\hbar \rightarrow 0$) défavorisée par la même cause physique qui est responsable de la formation du cristal, c'est-à-dire le potentiel attractif entre atomes. La présence d'une lacune dans le cristal augmente donc l'énergie du cristal d'une quantité $E_0 > 0$. Ce niveau d'énergie E_0 est dégénéré du fait de la symétrie translationnelle discrète du cristal. Dans la limite thermodynamique, l'énergie ne dépend pas de la position de la lacune.

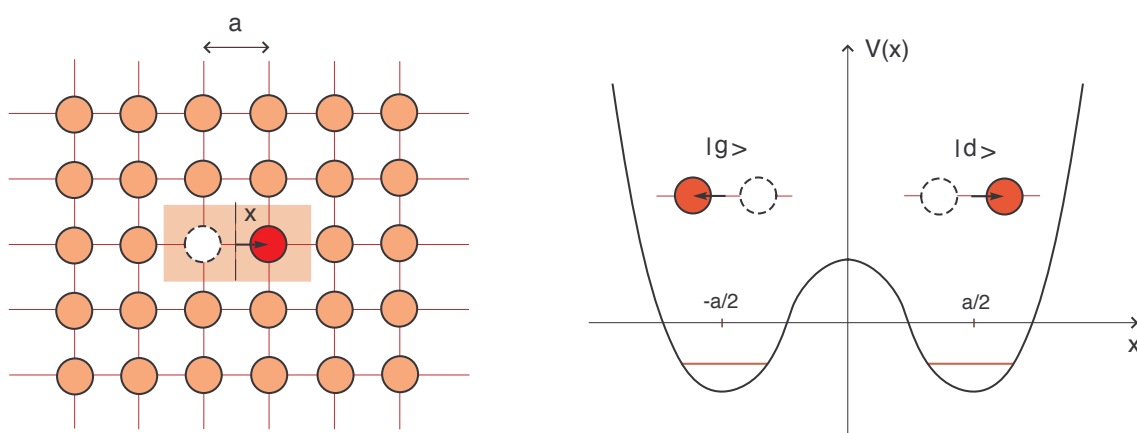


FIGURE A.1 – Dans notre modèle simple, on considère la présence d'une lacune et son interaction avec un seul atome voisin. Le potentiel ressenti par l'atome est représenté sur la figure. Le réseau est pris carré pour simplifier.

Les états classiques à une lacune sont couplés quantiquement par l'effet tunnel possible pour les atomes du réseau. En d'autres termes, même à température nulle une lacune et un atome peuvent échanger leurs positions. Ce problème est analogue au problème de la conduction dans les métaux, et son traitement est fait par la théorie des bandes électroniques (voir par exemple le livre de Ashcroft et Mermin [136]). Pour montrer que la largeur de bande est proportionnelle, à travers la constante de Planck, à la fréquence d'échange atome-lacune, on peut se limiter à considérer deux états à une lacune qui diffèrent par l'échange de la lacune avec un atome voisin (voir Fig. A.1). Les positions d'équilibre classique pour l'atome se trouvent sur les noeuds du réseau qui ne sont pas occupés par d'autres atomes ; il est donc sujet à un potentiel de la forme en figure A.1. On note $|g\rangle$ et $|d\rangle$ les états classiques correspondants à l'atome localisé sur le site de gauche et droite respectivement. Dans la base $\{|g\rangle, |d\rangle\}$, l'hamiltonien du système sera :

$$H = \begin{pmatrix} H_0 & J \\ J & H_0 \end{pmatrix}$$

où la constante J (qu'on peut choisir par exemple positive) rend compte du couplage entre les deux états classiques. La diagonalisation directe de H entraîne :

$$\begin{aligned} |\psi_{\pm}\rangle &= \frac{1}{\sqrt{2}}(|g\rangle \pm |d\rangle) \\ H|\psi_{\pm}\rangle &= (E_0 \pm J)|\psi_{\pm}\rangle. \end{aligned}$$

Le couplage lève la dégénérescence et produit un état fondamental d'énergie plus petite. De plus, si on suppose qu'à l'instant $t = 0$ le système se trouve dans l'état $|g\rangle$, i.e. l'atome se trouve sur le site de gauche, on a :

$$|\psi(t)\rangle = e^{-i\frac{E_0}{\hbar}t} \left(\cos\left(\frac{J}{\hbar}t\right) |g\rangle - i \sin\left(\frac{J}{\hbar}t\right) |d\rangle \right)$$

Ce qui montre que le décalage J de l'état fondamental et la fréquence d'échange ν atome-lacune sont reliés par :

$$J = \hbar\nu.$$

Le couplage quantique entre des configurations plus éloignées produira des niveaux d'énergie intermédiaires entre $E_0 + J$ et $E_0 - J$, jusqu'à la formation d'une *bande* d'énergies possibles pour la lacune : on renvoie pour un traitement complet au livre de Ashcroft et Mermin [136]. En tout cas, on voit que l'état fondamental est caractérisé par la délocalisation des lacunes présentes, par exemple entre deux sites du réseau dans notre modèle.

Ce modèle montre finalement que, si la fréquence d'échange atome-lacune (mesurable par exemple à travers des simulations Monte-Carlo) est assez grande, la présence d'une densité finie de lacune caractérise l'état fondamental à condition que l'interaction lacune-lacune soit répulsive, une question théorique encore très discutée.

Annexe B

Calcul des potentiels chimiques des impuretés ^3He

Les calculs présentés dans cette annexe sont des calculs thermodynamiques que nous avons publié dans l'article [137]. Ils permettent de comprendre les formules des potentiels chimiques données à la section 2.3 du chapitre 3. On utilise la théorie de Edwards et Balibar [116] pour calculer le potentiel chimique des impuretés ^3He dans le solide hcp ^4He et le liquide ^4He . On calcule ces potentiels chimiques à la température de 20 mK à la pression d'équilibre liquide-solide de l'hélium 4. C'est la température où ce calcul nous intéresse pour évaluer la pureté en ^3He des monocristaux ^4He . Le potentiel chimique μ_3^h d'un atome ^3He dans le solide hcp ^4He est donné dans l'approximation de solution régulière par :

$$\mu_3^h(X_3^h, P, T) = g_3^b(P, T) + A(P) \times (1 - X_3^h)^2 + T \ln X_3^h + \Delta_3(P) \quad (\text{B.1})$$

Dans la limite de faible concentration en ^3He , on peut négliger le terme X_3^h devant 1.

$$(1 - X_3^h)^2 \sim 1 \quad (\text{B.2})$$

On s'intéresse au potentiel chimique à la pression $P = P_{eq} = 24.993 \text{ atm}$ ($= 25.324 \text{ bar}$), c'est à dire la pression d'équilibre liquide-solide dans l'hélium 4 à basse température (20 mK). Dans ce cas g_3^b est l'énergie libre de Gibbs du solide bcc ^3He pur extrapolé jusqu'à la pression $P = P_{eq}$. La quantité $A(P)$ est le paramètre principal de l'approximation de solution régulière, il ne dépend que de la pression. $A(P) = 0.76 \text{ K}$ à une pression de 35.8 atm [116]. En utilisant, la dérivée de A par rapport à la pression :

$$\frac{dA}{dP} = -4.436 \times 10^{-3} \text{ K/atm.at} \quad (\text{B.3})$$

on trouve :

$$A(P_{eq}) = 0.76 + 10.8 \times 4.436 \times 10^{-3} = 0.808 \text{ K/at} \quad (\text{B.4})$$

La différence d'énergie $\Delta_3(P) = g_3^h(P, T) - g_3^b(P, T)$ correspond à l'énergie associée au changement de volume par atome de la phase bcc à la phase hcp du solide ^3He . L'entropie de phonons est négligeable à 20 mK et donc cette différence d'énergie est indépendante de T. Nous pouvons obtenir sa valeur à la pression P en extrapolant

à partir de sa valeur sur la courbe d'équilibre bcc-hcp du solide ³He pur à T=0 K. On a :

$$\Delta_3(P) = (P - P_3^0)(\delta v_3^0 + \frac{1}{2}\beta_3(P - P_3^0)) \quad (\text{B.5})$$

où $P_3^0=105$ atm, $\delta v_3^0 = -0.09$ cm³/mol et β_3 est tel que :

$$\delta v_3 = \delta v_3^0 + \beta_3(P - P_3^0) = -0.176 \text{ cm}^3/\text{mol} \quad (\text{B.6})$$

à P=35.8 atm, on trouve :

$$\beta_3 = 1.243 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{mol.atm} \quad (\text{B.7})$$

ainsi

$$\delta v_3(P_{eq}) = -0.189 \text{ cm}^3/\text{mol} \quad (\text{B.8})$$

Finalement,

$$\Delta_3(P_{eq}) = 0.137 \text{ K/at} \quad (\text{B.9})$$

et on trouve pour le potentiel chimique des impuretés ³He dans le solide hcp ⁴He :

$$\mu_3^h = g_3^b + 0.945 + T \ln X_3^h \text{ K/at.} \quad (\text{B.10})$$

Le potentiel chimique des impuretés ³He dans le liquide ⁴He s'obtient en utilisant également la théorie de Edwards et Balibar [116]. Dans la limite des faibles concentrations en ³He le terme d'interaction entre impuretés ³He peut être négligé. À la température T=20 mK, on peut se placer dans l'approximation basse température (< 200 mK) de la théorie de Edwards et Balibar et dans l'approximation où la température T est grande devant la température de Fermi T_F^* . En effet, la température de Fermi du gaz ³He est :

$$k_B T_F^* = \frac{\hbar^2 (3\pi^2 n_3)^{2/3}}{2m_3^*} \quad (\text{B.11})$$

où $n_3 = X_3^L N_A / V_4^L$ est la densité d'atomes ³He dans le liquide ⁴He, avec N_A le nombre d'Avogadro et $V_4^L = 23.146$ cm³ le volume molaire du liquide ⁴He à 20 mK. $m_3^* = 3.3m_3$ est la masse effective, dans le liquide ⁴He, d'un atome ³He de masse m_3 . On trouve pour la température de Fermi en K :

$$T_F^* = 1.85(X_3^L)^{2/3} \quad (\text{B.12})$$

qui vaut 18.5 mK pour $X_3^L = 10^{-3}$. Les concentrations utilisées sont bien plus faibles, par exemple 300 ppb = 3.10^{-7} , et donc la température T est toujours au dessus de la température de Fermi du gaz d'impuretés ³He. On peut décrire ce gaz d'impuretés ³He comme un gaz parfait classique de particules de masse effective $m_3^* = 3.3m_3$. Le potentiel chimique μ_{gp} du gaz parfait classique est :

$$\mu_{gp} = -k_B T \ln \left(\frac{2V_4^L}{X_3^L N_A} \left(\frac{2\pi m_3^* k_B T}{h^2} \right)^{3/2} \right) \quad (\text{B.13})$$

$$\mu_{gp} = k_B T \ln \left(X_3^L \left(\frac{T}{1.7} \right)^{-3/2} \right) \quad (\text{B.14})$$

On peut ainsi exprimer le potentiel chimique μ_3^L en K/at tel que :

$$\mu_3^L(P, T) = g_3^L(P, 0) + E_3(P) + T \ln \left(X_3^L \left(\frac{T}{1.7} \right)^{-3/2} \right) \quad (\text{B.15})$$

où $E_3(P)$ est la différence d'énergie libre entre l'énergie libre d'un atome ^3He dans le liquide ^4He et celle qu'il aurait dans le liquide ^3He à $T=0$ K. D'après la théorie Edwards et Balibar $E_3(P) = -0.273$ K à 25.289 atm et la dépendance en température est telle que sa valeur est la même à P_{eq} . L'énergie de référence $g_3^b(P, T)$ réapparaît dans l'expression :

$$g_3^L(P, 0) = g_3^b(P, T) + T \ln 2 + (1/k_B) \int_{P_3^m(0)}^P (v_3^L(P', 0) - v_3^b(P', 0)) dP' \quad (\text{B.16})$$

où $P_3^m(0)=33.95$ atm est la pression de fusion du solide ^3He pure à $T=0$ K et $k_B \ln 2$ est l'entropie du spin nucléaire du solide ^3He à basse température. D'après la théorie de Edwards et Balibar on a :

$$v_3^L(P, 0) - v_3^b(P, 0) = (1.241 \text{ cm}^3/\text{mol}) \left(1 - \frac{P - P_{min}}{157.4 \text{ atm}} + \frac{T_{min}}{5.26\text{K}} \right) \quad (\text{B.17})$$

où $T_{min} = 0.319$ K et $P_{min} = 28.932$ atm [138], ainsi l'intégrale à l'équation B.16 donne -0.141 K/at à $P=24.993$ atm. Finalement, on obtient pour le potentiel chimique des impureté ^3He dans le liquide ^4He , en K/at :

$$\boxed{\mu_3^L(P, T) = -0.141 + T \ln X_3^L - 0.273 + T \ln (1.70/T)^{3/2} + T \ln 2 + g_3^b} \quad (\text{B.18})$$

En égalisant ces deux potentiels chimiques, le potentiel chimique dans le liquide et dans le solide hcp ^4He , on trouve que le rapport des concentrations dans ces deux phases est :

$$\frac{X_3^h}{X_3^L} = 4.43 T^{-3/2} \exp \left(-\frac{1.359}{T} \right) \quad (\text{B.19})$$

On comprend qu'à un terme correctif près en $T^{-3/2}$, la différence entre l'énergie de liaison d'un atome ^3He dans le liquide ^4He et dans le solide hcp ^4He est 1.359 K compte tenu des approximations précédentes.

Annexe C

Mouvement des impuretés ^3He dans l'hélium 4 solide

Afin de trouver des ordres de grandeurs pour la diffusion quantique d'une impureté ^3He dans un cristal de structure hexagonale compacte, on peut utiliser un modèle simple en considérant qu'une impureté se déplace par échange avec un seul atome voisin. Soit \mathbf{k} le "quasimoment" de cette quasiparticule et $E(\mathbf{k})$ l'énergie qui lui est associée. Pour trouver cette énergie $E(\mathbf{k})$, on utilise l'hamiltonien des liaisons fortes, écrit en seconde quantification :

$$H = E_0 - t \sum_{\langle i,j \rangle} (A_i^\dagger A_j + h.c.) \quad (\text{C.1})$$

où E_0 est l'énergie de référence du système, $h.c.$ signifie hermitique conjugué, $\langle i, j \rangle$ signifie que la somme est réalisée sur les sites plus proches voisins et $t = \hbar J_{34}$ est l'intégrale d'échange d'un atome ^3He avec un atome ^4He voisin avec \hbar la constante de Planck. On note A_i^\dagger l'opérateur qui remplace un atome ^4He du réseau présent sur le site i par une impureté ^3He et l'on note A_j l'opérateur qui remplace une impureté ^3He du réseau sur le site j par un atome ^4He . Ces états localisés sur les sites du réseau sont décrits par des fonctions de Wannier $\Phi_i(\mathbf{r}) = \langle \mathbf{r} | \Phi_i \rangle$. On se place dans la limite où les impuretés sont délocalisées et où l'approximation des bandes est valable. Une base des états propres pour les impuretés délocalisées est celles des états de Bloch qui peuvent s'écrire en termes de fonctions de Wannier :

$$\psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}) = \langle \mathbf{r} | \psi_{\mathbf{k}} \rangle = \frac{1}{\sqrt{N}} \sum_{\mathbf{R}} e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{R}} \Phi_i(\mathbf{r}) \quad (\text{C.2})$$

où la sommation à lieu sur tous les site \mathbf{R} du réseau et N est le nombre total de sites du réseau. L'énergie $E(\mathbf{k})$ est donnée par :

$$E(\mathbf{k}) = \langle \psi_{\mathbf{k}} | H | \psi_{\mathbf{k}} \rangle \quad (\text{C.3})$$

$$E(\mathbf{k}) = \frac{1}{N} \sum_{i,j} e^{(\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j) \cdot \mathbf{k}} \langle \Phi_j | H | \Phi_i \rangle \quad (\text{C.4})$$

En supposant que le terme $\langle \Phi_j | H | \Phi_i \rangle$ n'a d'éléments de matrice non nuls qu'entre plus proches voisins, on a :

$$\langle \Phi_i | \Phi_i \rangle = 1 \quad (\text{C.5})$$

$$\langle \Phi_i | H | \Phi_i \rangle = E_0 \quad (\text{C.6})$$

$$\langle \Phi_j | H | \Phi_i \rangle = -t, \text{ avec } i \text{ voisin de } j \quad (\text{C.7})$$

En utilisant les règles ci-dessus dans le cas d'un réseau hexagonale compacte à 3 dimensions, la somme de l'équation C.4 donne :

$$E(\mathbf{k}) = -t \left(\eta \pm 2\sqrt{3 + \eta} \cos \left(\frac{\sqrt{2}}{3} K_z \right) \right) \quad (\text{C.8})$$

avec

$$\eta = -2 + 4 \cos \left(\frac{1}{2} K_x \right) \left(\cos \left(\frac{1}{2} K_x \right) + \cos \left(\frac{\sqrt{3}}{2} K_y \right) \right) \quad (\text{C.9})$$

où $K_\alpha = k_\alpha a$ pour $\alpha = x, y, z$. La constante $a=3 \text{ \AA}$ est la distance interatomique du réseau ^4He .

En moyennant sur toutes les valeurs de \mathbf{k} possibles dans la première zone de Brillouin, la vitesse quadratique moyenne d'une quasiparticule "impuriton" est donnée par :

$$\langle v^2 \rangle = \left\langle \left| \frac{1}{\hbar} \nabla_{\mathbf{k}} E(\mathbf{k}) \right|^2 \right\rangle = \int_{ZB} \left| \frac{1}{\hbar} \nabla_{\mathbf{k}} E(\mathbf{k}) \right|^2 \frac{d^3 \mathbf{k}}{(2\pi)^3} \quad (\text{C.10})$$

$$\langle v^2 \rangle = 18a^2 J_{34}^2 \quad (\text{C.11})$$

D'après les mesures RMN de Allen *et al.* [111] $J_{34} \sim 10^5 \text{ s}^{-1}$. On obtient donc comme ordre de grandeur de la vitesse moyenne v_{moy} des "impuritons" ^3He :

$$v_{\text{moy}} = \sqrt{18a^2 J_{34}^2} = 3\sqrt{2}a J_{34} \simeq 0.4 \text{ mm/s} \quad (\text{C.12})$$

Ce calcul semble être une bonne approximation à basse température où les impuretés ^3He n'entrent pas en collision avec les excitations thermiques et à faible concentration en ^3He c'est à dire lorsque les impuretés ^3He ont un libre parcours moyen relativement grand. Les impuretés ^3He peuvent alors être considéré comme des quasiparticules se déplaçant librement dans le cristal à la vitesse de 0.4 mm/s. Dans ce calcul ne sont pas pris en compte les puits de potentiel que représentent les dislocations.

Annexe D

Matrice des coefficients élastiques

On présente le calcul des coefficients élastiques de la matrice élasticité du cristal hcp lorsque l'axe \mathbf{c} n'est pas aligné selon l'axe z mais tourné d'un angle θ et ϕ dans les coordonnées sphériques. On utilise ici essentiellement la référence [139].

D.1 Changement d'axes de référence orthonormés

Un changement d'axes de référence est déterminé par les neuf coefficients α_{ik} des relations exprimant les nouveaux vecteurs de base \mathbf{e}'_i en fonction des anciens \mathbf{e}_k (règle de sommation d'Eistein) :

$$\mathbf{e}'_i = \alpha_i^k \mathbf{e}_k \quad (\text{D.1})$$

Les coefficients α_i^k se rangent dans une matrice α :

$$\alpha = \begin{pmatrix} \alpha_1^1 & \alpha_1^2 & \alpha_1^3 \\ \alpha_2^1 & \alpha_2^2 & \alpha_2^3 \\ \alpha_3^1 & \alpha_3^2 & \alpha_3^3 \end{pmatrix} \quad (\text{D.2})$$

Inversement, les vecteurs \mathbf{e}_k s'expriment en fonction des vecteurs de base \mathbf{e}'_j

$$\mathbf{e}_k = \beta_k^j \mathbf{e}'_j \quad (\text{D.3})$$

La matrice β est la matrice inverse de la matrice α :

$$\alpha_i^k = \beta_k^j = \delta_{ij} \quad (\text{D.4})$$

D.1.1 Transformation d'un tenseur de rang un ou vecteur

Soit x_k les coordonnées d'un point M , i.e. les composantes du vecteur $\mathbf{x} = \mathbf{OM}$ sur la base \mathbf{e}_k et x'_i les coordonnées du même point sur la base \mathbf{e}'_i :

$$\mathbf{x} = x_k \mathbf{e}_k = x'_i \mathbf{e}'_i \quad (\text{D.5})$$

$$\mathbf{x} = x_k \beta_k^j \mathbf{e}'_j = x'_i \mathbf{e}'_i \quad (\text{D.6})$$

Comme la décomposition d'un vecteur sur une base est unique, les nouvelles coordonnées x'_i s'expriment en fonction des anciennes par les relations :

$$x'_i = \alpha_i^k x_k \quad (\text{D.7})$$

$$x'_i = \beta_k^i x_k \quad (\text{D.8})$$

Ainsi tout ensemble de trois quantités A_i se transformant, dans un changement d'axes, comme les vecteurs de base \mathbf{e}_i est un *tenseur de rang un* ou *vecteur*.

D.1.2 Transformation d'un tenseur de rang 2 ou matrice

Tout ensemble de neuf grandeurs A_{ij} se transformant comme le produit des composantes de deux vecteurs est un tenseur de rang deux :

$$A'_{ij} = \alpha_i^k \alpha_j^l A_{kl} \quad (\text{D.9})$$

Ces neuf composantes se rangent dans un tableau que nous limitons par des crochets pour le distinguer de celui de la matrice de changement d'axe α :

$$A_{ij} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{13} \\ A_{21} & A_{22} & A_{23} \\ A_{31} & A_{32} & A_{33} \end{bmatrix} \quad (\text{D.10})$$

Les éléments α_i^j établissent une correspondance entre deux systèmes d'axes et le tenseur A_{ij} est une grandeur physique représenté dans un système d'axes par neuf nombres. En écriture matricielle, on a :

$$[A'] = (\alpha)[A](\alpha)^t \quad (\text{D.11})$$

En élasticité, les constantes de rigidité c_{ijkl} qui relient le tenseur des contraintes σ_{ij} au tenseur des déformations ϵ_{kl} forment un tenseur de rang 4 :

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (\text{D.12})$$

La définition précédente se généralise à un tenseur de rang 4 :

$$A'_{ijkl} = \alpha_i^p \alpha_j^q \alpha_k^r \alpha_l^s A_{pqrs} \quad (\text{D.13})$$

D.2 Réduction imposée par les éléments de symétrie au tenseur d'élasticité des cristaux hcp

Nous mettons en pratique les relations trouvées précédemment pour le calcul des coefficients élastiques de la structure hcp. Soient A_{pqrs} les composantes du tenseur d'élasticité du cristal hcp dans le repère $Ox_1x_2x_3$ et A'_{ijkl} les composantes de ce tenseur dans le même repère, pour la nouvelle orientation du cristal obtenue en appliquant l'opérateur de symétrie \mathbf{S} . Pour exprimer les A'_{ijkl} en fonction des A_{pqrs} il revient au même, du point de vue de l'orientation relative du cristal par rapport

au repère, d'appliquer l'opération inverse \mathbf{S}^{-1} au système d'axes en laissant le cristal immobile. Il y a équivalence entre tourner le cristal d'un angle ϕ ou tourner le système d'axes d'un angle $-\phi$.

Exemple :

Dans une rotation d'angle ϕ (coord. sphériques : de \mathbf{e}_1 vers \mathbf{e}_2) du cristal par rapport à l'axe Ox_3 , ce qui correspond à une rotation d'angle $-\phi$ des axes Ox_1 et Ox_2 autour de l'axe Ox_3 , les nouveaux vecteurs de base \mathbf{e}'_i s'expriment à partir des anciens \mathbf{e}_k par la relation D.1 avec la matrice :

$$\alpha_{x_3, -\phi} = \begin{pmatrix} \cos \phi & -\sin \phi & 0 \\ \sin \phi & \cos \phi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{D.14})$$

et on a bien :

$$\mathbf{e}'_1 = \cos \phi \mathbf{e}_1 - \sin \phi \mathbf{e}_2 \quad (\text{D.15})$$

$$\mathbf{e}'_2 = \sin \phi \mathbf{e}_1 + \cos \phi \mathbf{e}_2 \quad (\text{D.16})$$

$$\mathbf{e}'_3 = \mathbf{e}_3 \quad (\text{D.17})$$

Par conséquent, α étant la matrice de changement d'axes correspondant à l'opération \mathbf{S}^{-1} :

$$A'_{ijkl} = \alpha_i^p \alpha_j^q \alpha_k^r \alpha_l^s A_{pqrs} \quad (\text{D.18})$$

Si \mathbf{S} est une opération de symétrie ponctuel du cristal, la nouvelle orientation du cristal par rapport au repère $Ox_1x_2x_3$ est indiscernable de celle de départ par des mesures physiques macroscopiques. Ceci se traduit par l'égalité :

$$A'_{ijkl} = A_{ijkl} \quad (\text{D.19})$$

Ainsi l'invariance des propriétés pour certaines opérations de symétrie impose des relations :

$$A_{ijkl} = \alpha_i^p \alpha_j^q \alpha_k^r \alpha_l^s A_{pqrs} \quad (\text{D.20})$$

qui réduisent le nombre de composantes indépendantes des tenseurs.

D.3 Rotation de la matrice d'élasticité du cristal hcp

En utilisant la notation de Voigt :

$$\begin{aligned} (\text{ij}) &\rightarrow (\alpha) \\ 11 &\rightarrow 1 \\ 22 &\rightarrow 2 \\ 33 &\rightarrow 3 \\ 32 \text{ ou } 23 &\rightarrow 4 \\ 31 \text{ ou } 13 &\rightarrow 5 \\ 21 \text{ ou } 12 &\rightarrow 6 \end{aligned}$$

la matrice élasticité s'écrit dans le repère $Ox_1x_2x_3$ avec x_3 parallèle à l'axe \mathbf{c} :

$$c_{\alpha\beta} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \quad (\text{D.21})$$

Pour calculer la matrice d'élasticité du cristal dont l'axe \mathbf{c} est orienté selon les angles θ et ϕ des coordonnées sphériques nous repasserons à la notation classique du tenseur d'élasticité : c_{ijkl}

L'opération de symétrie \mathbf{S} qui permet d'orienter le cristal dans le système de coordonnées sphériques (θ, ϕ) est la suivante :

$$\mathbf{S} = \alpha_{x_2, \theta} \cdot \alpha_{x_3, \phi} \quad (\text{D.22})$$

Il s'agit d'une rotation d'un angle ϕ (de \mathbf{e}_1 vers \mathbf{e}_2) du système d'axes (Ox_1, Ox_2) autour de l'axe Ox_3 suivit d'une rotation d'angle θ (de \mathbf{e}_3 vers \mathbf{e}_1) autour de l'axe Ox_2 . Les matrices rotations sont définies comme suit :

$$\alpha_{x_3, \phi} = \begin{pmatrix} \cos \phi & \sin \phi & 0 \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{D.23})$$

et

$$\alpha_{x_2, \theta} = \begin{pmatrix} \cos \theta & 0 & -\sin \theta \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \theta & 0 & \cos \theta \end{pmatrix} \quad (\text{D.24})$$

d'où

$$\mathbf{S} = \alpha_{x_2, \theta} \cdot \alpha_{x_3, \phi} = \begin{pmatrix} \cos \theta \cos \phi & \cos \theta \sin \phi & -\sin \theta \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ \sin \theta \cos \phi & \sin \theta \sin \phi & \cos \theta \end{pmatrix} \quad (\text{D.25})$$

Il faut maintenant calculer l'opération inverse \mathbf{S}^{-1} qui fait tourner le système d'axes de la bonne façon.

$$\mathbf{S}^{-1} = \alpha_{x_3, -\phi} \cdot \alpha_{x_2, -\theta} = \begin{pmatrix} \cos \theta \cos \phi & -\sin \phi & \sin \theta \cos \phi \\ \cos \theta \sin \phi & \cos \phi & \sin \theta \sin \phi \\ -\sin \theta & 0 & \cos \theta \end{pmatrix} \quad (\text{D.26})$$

Pour simplifier l'écriture, on note $\alpha = \mathbf{S}^{-1}$ et c'est cette dernière matrice de changement de base qu'il faut appliquer aux coefficients de la matrice élasticité. On a la relation suivante :

$$c'_{ijkl} = \alpha_i^p \alpha_j^q \alpha_k^r \alpha_l^s c_{pqrs} \quad (\text{D.27})$$

Annexe E

Distribution exponentielle de longueurs libres de dislocations

Soit $N(l)dl$ le nombre de longueurs libres de dislocations ayant une longueur comprise entre l et $l+dl$ définit par :

$$N(l)dl = \frac{\Lambda}{\tilde{L}^2} \exp(-l/\tilde{L})dl \quad (\text{E.1})$$

En intégrant sur toutes les valeurs de l , on trouve :

$$\int_0^\infty N(l)dl = \frac{\Lambda}{\tilde{L}} \quad (\text{E.2})$$

avec \tilde{L} est la longueur moyenne de la distribution exponentielle de longueurs libres. Λ/\tilde{L} est donc le nombre de longueurs libres par unité de volume. La déformation induite par une seule ligne de dislocation de longueur l est :

$$\epsilon_{dis}^1(l) = b \int_0^l \xi_0^l(x) dx \quad (\text{E.3})$$

où $\xi_0^l(x)$ est définie par $\xi_0^l(x) = \xi_0 \sin(\frac{\pi x}{l})$. La déformation totale induite par la déformation de toutes les longueurs libres, en prenant une distribution de longueurs exponentielle, est :

$$\epsilon_{dis} = \int_0^\infty dl \epsilon_{dis}^1(l) N(l) \quad (\text{E.4})$$

d'où

$$\epsilon_{dis} = \frac{b\Lambda\sigma}{\rho\tilde{L}^2} \int_0^\infty dl \frac{\exp(-l/\tilde{L})}{\omega_0^2(l)} \int_0^l dx \sin(\frac{\pi x}{l}) \quad (\text{E.5})$$

où il faut tenir compte du fait que ω_0 dépend de la longueur libre de dislocation, on a $\omega_0 = \omega_0(l)$. On doit finalement calculer :

$$\epsilon_{dis} = \frac{b\Lambda\sigma(1-\nu)\rho}{\tilde{L}^2\rho 2\mu} \int_0^\infty dl l^2 \exp(-l/\tilde{L}) \int_0^l dx \sin(\frac{\pi x}{l}) \quad (\text{E.6})$$

en intégrant sur x on obtient :

$$\epsilon_{dis} = \frac{b\Lambda\sigma(1-\nu)\rho}{\tilde{L}^2\rho 2\mu} \int_0^\infty dl \frac{l^3}{\pi} \exp(-l/\tilde{L}) \quad (\text{E.7})$$

en intégrant sur l on obtient finalement :

$$\epsilon_{dis} = 6 \frac{\Lambda\sigma}{\pi\rho\tilde{\omega}_0^2} \quad (\text{E.8})$$

où $\tilde{\omega}_0$ s'écrit :

$$\tilde{\omega}_0 = \frac{1}{\tilde{L}} \sqrt{\frac{2\mu}{(1-\nu)\rho}} \quad (\text{E.9})$$

En rajoutant un facteur d'orientation Ω à l'équation E.8, on obtient le même résultat qu'à l'équation 3.85 du chapitre 3 à un facteur numérique 6 près.

Annexe F

Effet de l'élasticité de l'hélium sur l'oscillateur de torsion

Nous utilisons ici la théorie de la réponse linéaire pour définir l'effet du changement de rigidité de l'hélium solide sur la mesure de la période de l'oscillateur de torsion en nous appuyant sur l'article de H. J. Maris [79]

F.1 Cas de la cellule rigide

Nous considérons que la cellule est rigide que la constante de rigidité de l'oscillateur est K , que les conditions de non-glissement des parois sont vérifiées, i.e., le déplacement de l'hélium sur la paroi est exactement le même que celui de la paroi. Nous ne tenons pas compte de l'amortissement dans l'hélium. Imaginons que la cellule soit initialement au repos et qu'à l'instant $t=0$ on décide d'appliquer instantanément une rotation $\Delta\theta$ à la cellule en la maintenant fixe dans cette position finale. L'hélium suit alors mouvement avec un certain retard. Le moment cinétique de l'hélium $L_{He}(t)$ est caractérisé par la fonction de réponse $G(t)$ et on a :

$$L_{He}(t) = G(t) \cdot \Delta\theta \quad (\text{F.1})$$

Plus généralement si on tourne la cellule de telle sorte que sa position angulaire soit donnée par $\theta(t)$ alors le moment cinétique de l'hélium est donné par :

$$L_{He}(t) = \int_0^\infty G(t-t') \frac{d\theta(t')}{dt'} dt' \quad (\text{F.2})$$

La solution harmonique $\theta(t) = A \cos \omega t$ donne :

$$L_{He}(t) = -2\pi A \omega G(\omega) \sin \omega t \quad (\text{F.3})$$

avec $G(\omega)$ la transformée de Fourier de $G(t)$:

$$G(\omega) = \frac{1}{2\pi} \int_0^\infty G(t) \cos \omega t dt \quad (\text{F.4})$$

Soit K la constante de raideur de l'oscillateur de torsion. L'équation du mouvement de l'oscillateur de torsion sans amortissement est :

$$\frac{d}{dt}L_{osc}(t) + \frac{d}{dt}L_{He}(t) = -K\theta(t) \quad (F.5)$$

où K la constante de raideur de l'oscillateur de torsion. Le moment cinétique de l'oscillateur de torsion seul $L_{osc}(t)$ est :

$$L_{osc}(t) = I_{osc} \frac{d\theta(t)}{dt} = -I_{osc} \omega A \sin \omega t \quad (F.6)$$

On trouve donc :

$$-K\theta(t) = \frac{d}{dt}(-I_{osc} \omega A \sin \omega t) + \frac{d}{dt}L_{He}(t) \quad (F.7)$$

Finalement, la pulsation ω de la résonance est :

$$\omega^2 = \frac{K}{I_{osc} + 2\pi G(\omega)} \quad (F.8)$$

Si l'hélium était parfaitement rigide, la pulsation ω_0 de la résonance serait :

$$\omega_0^2 = \frac{K}{I_{osc} + 2\pi G(0)} \quad (F.9)$$

où $G(0)$ est la réponse de l'hélium à fréquence nulle. Il apparaît que le changement de rigidité de l'hélium introduit une fraction supersolide apparente et le NCRIF s'écrit :

$$NCRIF = \frac{\delta I_{\text{decouple}}}{\delta I_{\text{mass loading}}} = \frac{G(\omega) - G(0)}{G(0)} \quad (F.10)$$

Cette approche montre que si l'on suppose que la cellule est rigide, alors il n'est pas nécessaire de connaître les détails de construction de celle-ci pour calculer la fraction supersolide apparente due au changement de rigidité de l'hélium. On a seulement besoin de connaître la fonction de réponse de l'hélium à fréquence nulle et à la fréquence de résonance de l'oscillateur. C'est l'approche que nous avons utilisé pour calculer la fraction supersolide apparente due au changement de rigidité de l'hélium dans notre oscillateur de torsion.

F.2 Cas de la cellule non rigide

Supposons une cellule de géométrie annulaire dont la partie centrale n'est pas complètement solidaire de la partie externe. On peut représenter la cellule par un système de deux parties couplées, la partie "interne" et la partie "externe" avec respectivement des moments d'inertie I_{int} et I_{ext} . Ces deux parties sont couplées par une constante de rigidité de torsion K' . On considère par ailleurs que la partie

externe est liée de façon rigide à la tige de torsion de constante de rigidité K . On peut alors écrire le système suivant pour les équations du mouvement :

$$I_{int} \frac{d^2 \theta_{int}}{dt^2} = -K'(\theta_{int} - \theta_{ext}) \quad (F.11)$$

$$I_{ext} \frac{d^2 \theta_{ext}}{dt^2} = -K\theta_{ext} - K'(\theta_{ext} - \theta_{int}) \quad (F.12)$$

avec θ_{int} et θ_{ext} la position angulaire de, respectivement, la partie interne et la partie externe du système. Ce système d'équation possède 2 solutions, donnant les fréquences propres de ce système d'oscillateurs couplés :

$$\omega^2 = \frac{K}{I_{int} + I_{ext}} + \frac{I_{int} I_{ext} \omega^4 - K I_{int} \omega^2}{(I_{int} + I_{ext})K'} \quad (F.13)$$

On fait l'approximation très raisonnable que le couplage entre la partie interne et la partie externe de la cellule est relativement fort, on a $K' \gg K$. Le mode de résonance que l'on mesure, est le mode de basse fréquence ω_0 :

$$\omega^2 \simeq \frac{K}{I_{int} + I_{ext}} + \frac{I_{int}^2 K^2}{(I_{int} + I_{ext})^3 K'} \quad (F.14)$$

L'hélium solide situé dans l'anneau joue alors le rôle de colle entre la partie interne et la partie externe de l'oscillateur. Lorsque le module de cisaillement de l'hélium solide augmente, la rigidité de la colle augmente et donc la constante de rigidité de torsion K' augmente d'une quantité $\delta K'$. Le changement de fréquence $\delta\omega$ associé est :

$$\frac{\delta\omega}{\omega} = \frac{1}{2} \frac{I_{int}^2 K \delta K'}{(I_{int} + I_{ext})^2 K'^2} \quad (F.15)$$

Nous ajoutons maintenant l'effet de l'augmentation du module de cisaillement de l'hélium sur la fréquence de résonance. Lorsque la partie interne tourne d'un angle $\Delta\theta$ par rapport à la partie externe la déformation de l'hélium solide est

$$\frac{\Delta\theta R}{e} \quad (F.16)$$

avec R et e respectivement le rayon et l'épaisseur de l'anneau. Le couple s'exerçant sur la partie externe est alors :

$$2\pi R^3 h \mu \frac{\Delta\theta}{e} \quad (F.17)$$

avec h la hauteur de l'anneau et μ le module de cisaillement du cristal. On obtient pour le changement de fréquence associé à une variation $\delta\mu$ du module de cisaillement :

$$\frac{\delta\omega}{\omega} = \frac{\pi R^3 h I_{int}^2 K \delta\mu}{(I_{int} + I_{ext})^2 K'^2 e} \quad (F.18)$$

La variation de fréquence associée à l'introduction du cristal dans la cellule (mass loading) est donnée par :

$$\frac{\delta\omega_{load}}{\omega_0} = \frac{\pi R^3 h e \rho_{He}}{I_{int} + I_{ext}} \quad (F.19)$$

avec $\omega_0 = \sqrt{K/(I_{int} + I_{ext})}$ la fréquence propre de la cellule si elle était complètement rigide et ρ_{He} la masse volumique de l'hélium 4 solide. On obtient pour la fraction supersolide associée à une variation $\delta\mu$ de μ :

$$\text{NCRI} = \frac{\delta\omega_0}{\delta\omega_{load}} = \frac{\omega_0^2 \delta\mu}{\rho_{He} e^2 \omega_{cel}^4} \quad (\text{F.20})$$

avec $\omega_{cel} = \sqrt{K'/I_{int}}$ la fréquence propre de vibration de la partie interne par rapport à la partie externe de la cellule complètement fixe. À partir de cette dernière formule, on voit que l'effet sur la fréquence d'un changement des propriétés élastiques de l'hélium dépend drastiquement des détails de construction de la cellule et de sa géométrie au travers de e et ν_0 .

Ordre de grandeur Supposons que la fréquence de résonance de l'oscillateur de torsion soit 1 kHz et que la fréquence propre de la partie interne par rapport à la partie externe soit $\omega_{cel}/2\pi \simeq 100$ kHz, ce qui est une valeur raisonnable. Ainsi on obtient, pour $e=100 \mu\text{m}$ et pour une variation de μ de 20 %, une fraction supersolide apparente de ~ 0.03 %.

Annexe G

Effet de l'élasticité du Stycast sur la minibouteille

Nous calculons l'effet d'un changement d'élasticité de la colle Stycast sur la fréquence de résonance de notre oscillateur de torsion. Nous devons au préalable calculer la constante de raideur de la tige de torsion de l'oscillateur.

G.1 Constante de raideur de la tige de torsion

La tige de torsion en cuivre argent (AgCu) de l'oscillateur de torsion est schématisé Fig. G.1.

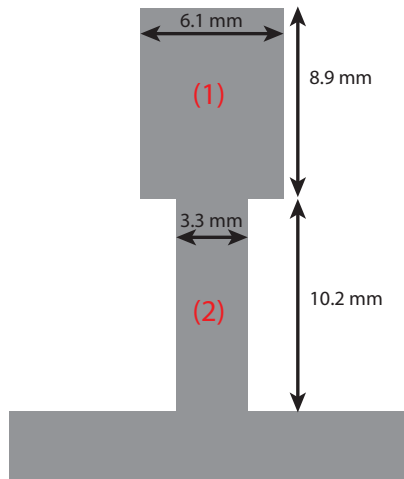


FIGURE G.1 – Schéma de la tige de torsion de l'oscillateur.

Cette tige de torsion est composée de la section (1) de longueur $l_1=8.9$ mm et de diamètre $\phi_1=6.1$ mm et la section (2) de longueur $l_2=10.2$ mm et de diamètre $\phi_2=3.3$ mm. Ces deux sections de tiges sont placées en série et la constante de raideur de

l'ensemble de la tige K_{eq} est :

$$K_{eq} = \frac{K_1 \times K_2}{K_1 + K_2} = \frac{K_2}{1 + \frac{K_2}{K_1}} \quad (G.1)$$

où K_1 et K_2 sont respectivement les constantes de raideur des sections (1) et (2). La constante de raideur d'une section de la tige est donnée par :

$$K = \frac{J\mu}{l} \quad (G.2)$$

où $J = \pi r^4/2$ est le moment quadratique d'une section de la tige de rayon r , l la longueur de la section et $\mu \simeq 50$ GPa est le module de cisaillement de la tige en AgCu. On a donc :

$$\frac{K_2}{K_1} = \left(\frac{\phi_2}{\phi_1} \right)^4 \frac{l_1}{l_2} \simeq 0.075 \quad (G.3)$$

La constante de raideur de la tige est donc principalement celle de la section (2) :

$$K_{eq} = \frac{K_2}{1 + \frac{K_2}{K_1}} \simeq 53 \text{ N.m} \quad (G.4)$$

G.2 Déformations du Stycast dues aux contraintes inertielles

La colle epoxy Stycast 1266 maintient la partie en saphir (minibouteille) sur le socle en invar (voir schéma présenté Fig. G.2). Lors de l'application d'un couple de torsion à l'oscillateur, cette colle transmet le couple de torsion depuis le socle en invar vers la minibouteille en saphir.

On s'intéresse aux déformations subies par la colle Stycast pendant les oscillations de l'oscillateur de torsion. Ces déformations sont induites par les contraintes inertielles. Lorsque le socle en invar tourne d'un certain angle, le stycast se déforme d'autant plus que le moment d'inertie de la partie en saphir $I_{bouteille}$ est important. Nous calculons la contrainte inertielle subit par film extérieur de Stycast. L'équation de la dynamique donne :

$$I_{bouteille} \alpha = R_{ext} A \sigma \quad (G.5)$$

où $R_{ext}=7.94$ mm est le rayon extérieur de la minibouteille, $A=2\pi R_{ext}h \simeq 230$ mm² est l'aire de la surface de contact du film de Stycast de hauteur $h=4.6$ mm et du socle en invar et α est l'accélération angulaire du socle en invar. On obtient :

$$\sigma = \frac{I_{bouteille} \omega v_{rim}}{R_{ext} R_{int} A} \simeq 1.8 \text{ Pa} \quad (G.6)$$

avec $I_{bouteille} \simeq 3.2 \times 10^{-7}$ kg.m² et $\alpha = \omega v_{rim}/R_{int}$. Pour calculer α on utilise $\omega = 2\pi \times 906$ Hz la pulsation, $v_{rim}=10$ μm/s la vitesse sur la paroi interne de la cellule et $R_{int} = 5.59$ mm le rayon intérieur de la cellule. En utilisant le module de

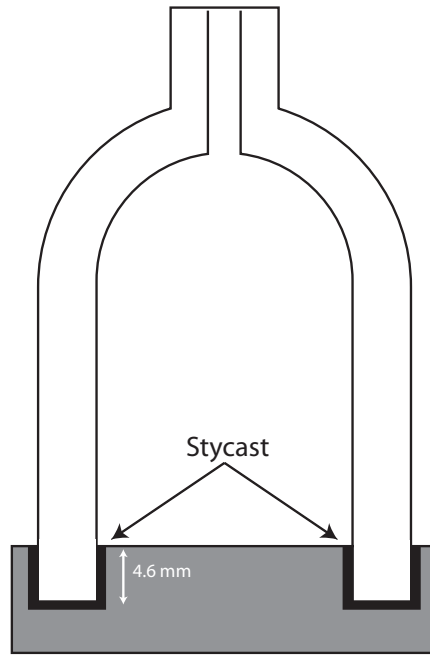


FIGURE G.2 – Schéma de la partie collée au Stycast.

cisaillement du Stycast $\mu = 3.8 \times 10^9$ Pa, on trouve la déformation dans le Stycast :

$$\epsilon = \frac{\sigma}{\mu} \simeq 4.7 \times 10^{-10} \quad (\text{G.7})$$

En prenant une épaisseur de film de Stycast $e=0.01$ mm, on trouve le déplacement Δl de la minibouteille induit par la déformation du Stycast

$$\Delta l = e \times \epsilon \simeq 4.7 \times 10^{-6} \text{ nm} \quad (\text{G.8})$$

Ce déplacement est à comparer au déplacement de la minibouteille à résonance induit par la déformation de la tige de torsion $\delta x_{rim} \simeq 3$ nm à une vitesse de 10 $\mu\text{m/s}$. On peut représenter l'oscillateur de torsion par un système de 2 ressorts en série, de constante de raideur K et K' (voir Fig. G.3). La constante de raideur K est celle de la tige de torsion en AgCu et K' est la constante de raideur du film de Stycast placé entre le socle en invar et la minibouteille en saphir.

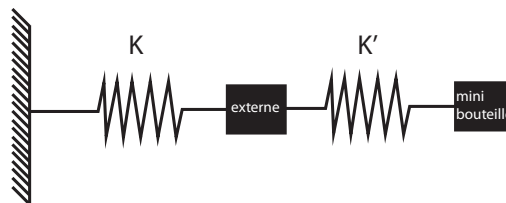


FIGURE G.3 – Schéma équivalent du système comprenant la minibouteille en saphir et le reste de l'oscillateur (la partie externe).

On peut relier les constantes de raideur du système couplé aux déplacements de la minibouteille, on a la relation :

$$\frac{K'}{K} = \frac{\delta x_{rim}}{\Delta l} \simeq 6.4 \times 10^5 \quad (G.9)$$

On a $K' \gg K$, on s'intéresse au mode de basse fréquence de ce système et nous calculons à partir des résultats de l'annexe F le décalage en fréquence relatif associé à une variation de la rigidité de la colle Stycast. Pour ce type de système d'oscillateurs couplés, le décalage en fréquence associé à une variation $\delta K'$ de la constante de raideur K' est donné par :

$$\frac{\delta \omega}{\omega} = \frac{1}{2} \frac{I_{bouteille}^2 K \delta K'}{(I_{bouteille} + I_{ext})^2 K'^2} \quad (G.10)$$

où I_{ext} est le moment d'inertie de tout l'oscillateur de torsion excepté la minibouteille en saphir. Le décalage en fréquence relatif associé au chargement du cristal dans l'oscillateur ($\delta \omega_{load}=1.8$ Hz) est :

$$\frac{\delta \omega_{load}}{\omega} = \frac{I_{He}}{2(I_{bouteille} + I_{ext})} \quad (G.11)$$

où $I_{He} \simeq 5 \times 10^{-9}$ est le moment d'inertie de l'hélium solide de densité $\rho_s=191$ kg.m⁻³, dans la minibouteille. Ensuite, on obtient :

$$\frac{\delta \omega}{\delta \omega_{load}} = \frac{I_{bouteille}^2 K \delta K'}{I_{He} (I_{bouteille} + I_{ext}) K'^2} \quad (G.12)$$

Le mode de basse fréquence de ce système à une résonance proche de $\omega_0 = \sqrt{K/(I_{bouteille} + I_{ext})}$. En supposant une variation de K' de 10 %, on trouve :

$$\frac{\delta \omega}{\delta \omega_{load}} = \frac{I_{bouteille}^2 \omega_0}{I_{He} K'} \frac{\delta K'}{K'} \simeq 3.4 \times 10^{-10} \quad (G.13)$$

Le décalage en fréquence $\delta \omega$ associé à une variation de la rigidité de la colle Stycast dans la minibouteille est de l'ordre de 6.10^{-10} Hz. On en déduit que l'effet de la colle Stycast sur la mesure de la fréquence de résonance est négligeable.